



## รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์โดยวิธีพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิตสำหรับ  
ประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น

Preparation of Graphene Oxide Thin Films by Electrostatic Spray  
Deposition Technique for Humidity Sensor Device

นายเบญจพล ตันอู๋  
นายกรกช อ่อนละอ

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2559

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



### รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์โดยวิธีพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิตสำหรับ  
ประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น  
Preparation of Graphene Oxide Thin Films by Electrostatic Spray  
Deposition Technique for Humidity Sensor Device

นายเบญจพล ต้นอู๋  
นายกรกช อ่อนละอ

RCH  
บ ๗๘๓ ก  
๒๕๕๙

b. 12837246  
i. ....

เลขทะเบียน 145928  
รับเดือน ๑๑ ๑๑ ๒๕๖๐

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2559  
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 หลักการและเหตุผลของโครงการวิจัย

ความชื้นเป็นปัจจัยทางกายภาพที่สำคัญตัวหนึ่งที่ส่งผลกระทบต่อคุณภาพในงานด้านต่างๆ เช่น งานทางการเกษตร การผลิตทางอุตสาหกรรม การเก็บรักษาอาหาร เป็นต้น โดยสิ่งประดิษฐ์ตรวจวัดความชื้นจะสามารถสร้างจากวัสดุได้หลากหลายชนิด ไม่ว่าจะเป็น สารโพลีเมอร์, เซรามิกส์ หรือ วัสดุประกอบ เป็นต้น โดยสิ่งที่แตกต่างกันในสารแต่ละชนิดที่นำมาใช้สร้างนั้น จะให้แตกต่างกันในเรื่องของความแม่นยำช่วงของการตรวจวัด นอกจากนี้ในปัจจุบันได้มีการนำ วัสดุนาโน อาทิ เช่น วัสดุคาร์บอนแบบหนึ่งมิติ วัสดุนาโนทิว วัสดุนาโนท่อน วัสดุนาโน เป็นต้น ซึ่งในวัสดุดังกล่าว จะมีลักษณะของค่าอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตรมีค่าสูงมาใช้สร้างเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น เพื่อให้ประสิทธิภาพของอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นสูงได้ด้วย โดยจะพบว่าอุปกรณ์ในการตรวจวัดความชื้นหรือเซนเซอร์ที่ได้รับการยอมรับและเที่ยงตรงนั้นมีราคาค่อนข้างสูงซึ่งในการประดิษฐ์อุปกรณ์นั้นมีด้วยกันอย่างแพร่หลายโดยอาศัยสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีความชื้นในอากาศที่แตกต่างกัน และในอุปกรณ์เซนเซอร์ดังกล่าวจะวัดรูปแบบของการนำไฟฟ้าโดยการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทาน (Resistive humidity sensor) หรือค่าของความจุไฟฟ้า (Capacitive humidity sensor) โดยวัสดุที่มีการเปลี่ยนแปลงการนำไฟฟ้าจะอยู่บนขั้วไฟฟ้าและจะวัดการเปลี่ยนแปลงที่บริเวณขั้วไฟฟ้าโดยขั้วไฟฟ้ามีได้หลายรูปแบบ

ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงมีแนวความคิดที่ว่า หากสามารถเตรียมฟิล์มสำหรับใช้เป็นชั้นตรวจวัดความชื้นโดยการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrostatic spray deposition) ซึ่งนับว่าเป็นกระบวนการที่ง่ายไม่ยุ่งยากและไม่ซับซ้อน ที่สำคัญการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีดังกล่าวจะสามารถเตรียมฟิล์มได้ในบรรยากาศปกติโดยไม่ต้องอาศัย ระบบสุญญากาศ ซึ่งจะเป็นการลดต้นทุนของระบบที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม ได้เป็นอันมาก ซึ่งการพ่นวัสดุนาโนลงบนขั้วไฟฟ้าด้วยแรงทางไฟฟ้าสถิตเพื่อประยุกต์เป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น โดยหลักการทำงานของอุปกรณ์จะอาศัยสมบัติการดูดซับและปลดปล่อยไอน้ำที่บริเวณ ชั้นวัสดุนาโนแล้วเกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติการนำไฟฟ้าของชั้นวัสดุนาโน ซึ่งในการใช้งานอุปกรณ์ จะทำการตรวจวัดค่าการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานหรือค่าความจุไฟฟ้าเพื่อเปลี่ยนเป็นค่า ความชื้นสัมพัทธ์ได้ และจะสามารถนำอุปกรณ์ตรวจวัดที่สร้างขึ้นมาใช้ส่วนประกอบสำหรับต้นแบบสำหรับการตรวจวัดความชื้นภาคสนามได้ สำหรับวัสดุนาโนที่โครงการวิจัยนี้จะนำมาใช้เป็นชั้นตรวจวัดคือ แกร์ฟีนออกไซด์ ที่เป็นออกไซด์ของชั้นแกร์ฟีนหรือออกไซด์ของชั้นของอะตอมคาร์บอนชั้นเดียว โดยวัสดุแกร์ฟีนออกไซด์จะมีลักษณะของวัสดุที่มีข้อดีหลายๆ อย่าง เช่น สามารถเตรียมได้โดย กระบวนการที่ไม่ซับซ้อน มีความทนทาน มีราคาต้นทุนของสารที่ไม่สูงมาก

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาและเตรียมฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ด้วยวิธีพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิต พร้อมทั้งตรวจวัดลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่สร้างขึ้น

1.2.2 เพื่อสร้างต้นแบบอุปกรณ์ตัววัดความชื้นด้วยฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่สร้างขึ้น

## 1.3 แผนการดำเนินงานวิจัย

การดำเนินงานวิจัยเริ่มจากการค้นคว้าข้อมูลเบื้องต้นของสารแกรฟีนออกไซด์ จากนั้นทำการค้นคว้าข้อมูลสำหรับการเตรียมสาร ต่อมาเริ่มทำการเตรียมสารตั้งต้นที่ใช้ จากนั้นทำการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ และทำการศึกษาสมบัติเฉพาะของฟิล์มบางที่เตรียมได้ แล้วทำการสร้างอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นจากฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์และทำการตรวจสอบสมบัติเฉพาะของอุปกรณ์ที่เตรียมขึ้น

## 1.4 สมมติฐานงานวิจัย

ในโครงการวิจัยนี้ได้ศึกษาเงื่อนไขของการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เงื่อนไขต่างๆ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมกับการเตรียมฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ เพื่อใช้เป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น โดยฟิล์มแกรฟีนออกไซด์จะมีการตอบสนองต่อความชื้นดีกว่าฟิล์มที่สร้างจากวัสดุแกรฟีนหรือวัสดุแกรฟีนออกไซด์

## 1.5 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย

1.5.1 สามารถพัฒนาระบบการเตรียมฟิล์มโดยการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตสำหรับการเตรียมฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ได้

1.5.2 สามารถประดิษฐ์อุปกรณ์ต้นแบบจากฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ได้

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

ในบทนี้จะกล่าวถึงทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ ได้แก่ สมบัติและโครงสร้างของวัสดุแกรฟีน ออกไซด์ การสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์ รวมถึงสมบัติต่างๆ ของแกรฟีนออกไซด์จากนั้นจะกล่าวถึงทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมฟิล์มในเทคนิคการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิตและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมฟิล์ม การประยุกต์การใช้งานการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิต ต่อมาจะกล่าวถึงเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติต่างๆของฟิล์ม เช่น การศึกษาโครงสร้างผลึกจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ การศึกษาสภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยระบบยูวี-วิสสเปคโตรสโกปี เป็นต้น

#### 2.1 ทบทวนวรรณกรรม

แกรฟีน (Graphene) [1] เป็นวัสดุสองมิติที่เป็นชั้นเดี่ยวของอะตอมคาร์บอนที่จับกับอะตอมคาร์บอนอื่น อีกสามตัวเกิดเป็นพันธะ  $\sigma$  โดยใช้อะตอมมิกออร์บิทัล  $sp^2$  ดังนั้นทำให้เกิดเป็นแผ่นคาร์บอนขนาดใหญ่ได้ โดยจะพบว่า ออร์บิทัล  $p_z$  ของอะตอมคาร์บอนแต่ละอันสามารถเกิดการทับซ้อนและจับคู่กับออร์บิทัลข้างเคียงในลักษณะ สองมิติ เกิดเป็นแถบอิเล็กตรอน  $\pi$  ได้ ซึ่งถ้าไม่มีข้อบกพร่องอยู่ในเนื้อสารแล้ว ขนาดของแถบทางอิเล็กทรอนิกส์ จะสามารถได้ว่ามีขนาดเท่ากับขนาดของแผ่นแกรฟีน เนื่องด้วยออร์บิทัล  $p_z$  แต่ละอันจะประกอบด้วยอิเล็กตรอน หนึ่งตัวซึ่งจะสามารถเติมอิเล็กตรอนได้อีกหนึ่งตัวในแต่ละออร์บิทัล ดังนั้นทำให้เกิดแถบอิเล็กตรอน  $\pi$  ที่มีขนาด ใหญ่มากที่มีลักษณะที่เรียกว่า half-filled metallic band ซึ่งจะเป็นลักษณะที่จะสามารถนำไฟฟ้าได้ดีมาก นอกจากนั้นแล้วการจับ พันธะในลักษณะดังกล่าว จะทำให้สมบัติ เชิงกล สมบัติเชิงความร้อนของ แกรฟีนมีลักษณะที่ดี ได้มีการรายงานว่าจะสามารถใช้วัสดุ แกรฟีนสร้างเป็น อุปกรณ์ตรวจจับก๊าซ เช่น  $NO_2$ ,  $NH_3$  [2] โดยกลไกการตรวจจับก๊าซจะมีความคล้ายคลึง กับในวัสดุจำพวก ท่อนาโนคาร์บอน แต่มีการศึกษาพบว่าการดูดซับและการคายโมเลกุลของน้ำ ในแกรฟีนจะมีค่าช่วงเวลาที่นานในระดับ 3-5 นาที [3] ดังนั้นทำให้การนำฟิล์มแกรฟีนมาสร้างเป็นชั้นตรวจวัดในอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น จะเป็นได้ไต่ยาก

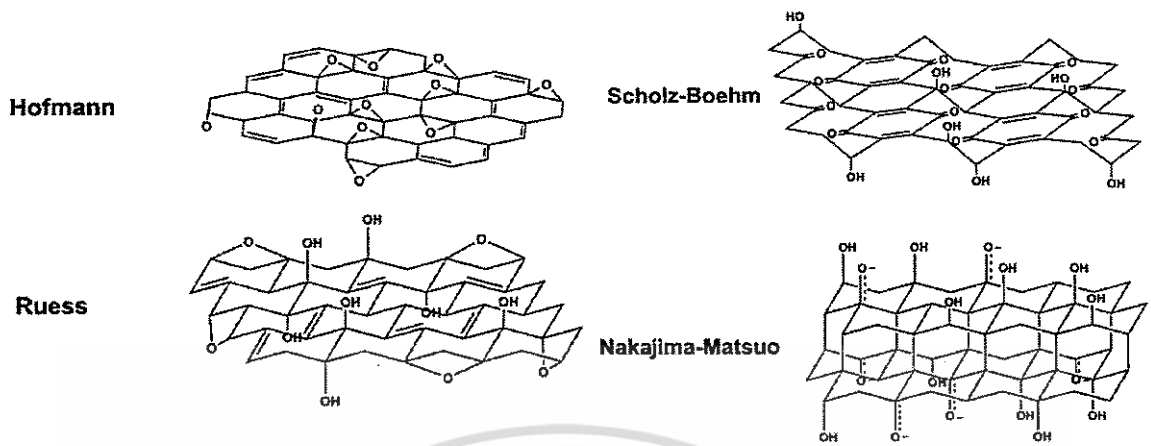
ในช่วงที่ผ่านมาวัสดุแกรฟีนที่มีการปรับปรุงทางเคมี (chemically modified graphene: CMG) ได้รับความสนใจในการนำไปใช้งานในงานหลายๆ ชนิด เช่น วัสดุผสมโพลีเมอร์ (polymer composites) วัสดุที่เกี่ยวข้องกับพลังงาน (energy-related materials) อุปกรณ์เซนเซอร์ (sensors) ทรานซิสเตอร์สนามไฟฟ้า (field-effect transistor: FET) และวัสดุทางชีวการแพทย์ (biomedical applications

material) เป็นต้น ซึ่งวัสดุแกรฟีนที่มีการปรับปรุงทางเคมี (CMG) ที่ได้รับความสนใจคือ วัสดุแกรฟีนออกไซด์ (Graphene oxide: GO) เป็นสารอนุพันธ์ของ แกรฟีนที่ประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่มี ออกซิเจนเป็นส่วนประกอบ เช่น epoxy, hydroxyl และ carboxyl ซึ่งจากการที่ประกอบด้วย หมู่ฟังก์ชันดังกล่าว ทำให้แกรฟีนออกไซด์มีสมบัติเป็นฉนวนทางไฟฟ้าที่จะเป็นลักษณะ ทางตรงกันข้ามกับ แกรฟีนที่มีลักษณะเป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี ปกติแล้วการเตรียม แกรฟีนออกไซด์จะสามารถเตรียมด้วยวิธี เคลือบหมุน (spin coat), วิธีการสเปย์ (spray method), วิธีการกรอง (filtration method) [4-6] เป็นต้น ซึ่งวิธีดังกล่าวก็จะมีข้อเสีย เช่น ในบางวิธีต้องอาศัยระบบสุญญากาศ หรือในบางวิธี การควบคุมความหนาจะเป็นไปได้ยาก เป็นต้น

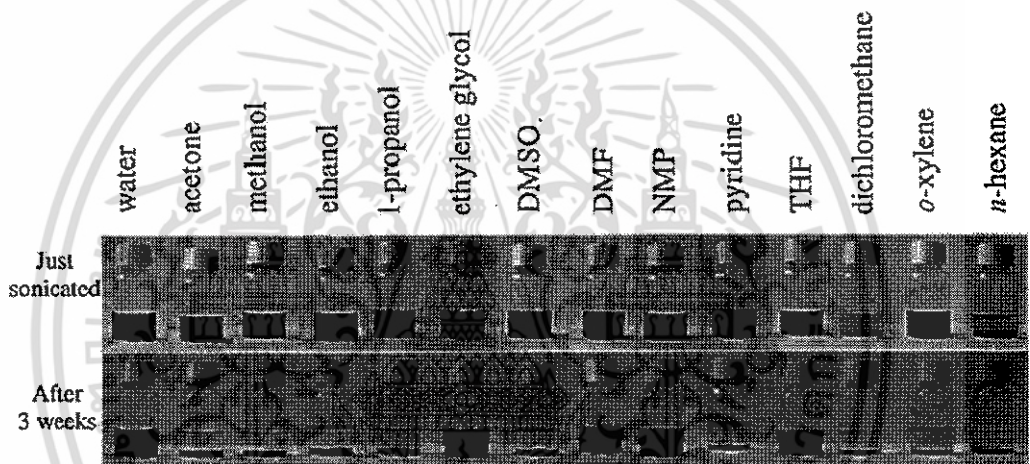
## 2.2 การสังเคราะห์วัสดุแกรฟีนออกไซด์

สำหรับการสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์จะสามารถทำได้หลายวิธี โดย Brodie [7] ได้นำเสนอวิธีการ สังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์เป็นครั้งแรกในปี ค.ศ. 1859 โดยทำการเติมโพแทสเซียม คลอเรต ลงในสารผสมระหว่างแกรไฟต์ที่ผสมกับกรดไนตริก ในปี ค.ศ. 1898 Staudenmaier ได้ปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์ และใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นในการกระบวนการทำให้ได้แกรฟีนออกไซด์ ในปริมาณที่มากขึ้น ต่อมาในปี ค.ศ. 1958 Hummers ได้นำเสนอวิธีการสังเคราะห์ ที่เรียกว่าวิธีของ Hummers (Hummers method) ซึ่งเป็นนิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในเวลาต่อมา โดยวิธีของ Hummers จะใช้สารตั้งต้นเป็น แกรไฟต์แล้วทำให้เกิดการออกซิไดซ์กับกับ สารโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) และ โซเดียม ไนเตรต ( $\text{NaNO}_3$ ) ในกรดซัลฟิวริก ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) เข้มข้น โดยผลที่ได้จากสังเคราะห์จากวิธีของ Hummers จะได้เป็นสารแกรฟีนออกไซด์ที่จะต้องทำ การกรองและล้างแล้วทำให้แห้งเพื่อให้ได้ผงแกรฟีนออกไซด์ ที่อาจจะนำไปทำการลดรูป ให้ได้เป็นแกรฟีนลดรูป (reduced graphene oxide: rGO) ซึ่งเป็นแกรฟีนออกไซด์ที่มีจำนวนหมู่ฟังก์ชัน ที่มีออกซิเจนเป็นส่วนประกอบที่จับอยู่กับแผ่นแกรฟีนที่ลดลง ทำให้สมบัติของแกรฟีนลดรูปมีลักษณะ ที่คล้ายคลึงกับแกรฟีนปกติ

สำหรับกลไกการเกิดการออกซิไดซ์ของวัสดุแกรฟีนที่เกิดขึ้นนั้นยังเป็นที่ถกเถียงกันอยู่ในปัจจุบัน เนื่องจากความซับซ้อนของวัสดุรวมถึงลักษณะที่เป็นอะมอร์ฟัสของวัสดุและลักษณะของสัดส่วนของอะตอมสารประกอบ (nonstoichiometric atomic composition) [8] ทำให้โครงสร้างของแกรฟีนออกไซด์ นั้นมีลักษณะที่ไม่แตกต่างกัน โดยได้มีการนำเสนอแบบโครงสร้างของแกรฟีนออกไซด์แบบต่างๆ ขึ้นอยู่กับตำแหน่งการจับของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นส่วนประกอบที่แตกต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.1 และจากการที่มีหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นส่วนประกอบในแกรฟีนออกไซด์ทำให้สามารถเตรียมให้แกรฟีนออกไซด์มีลักษณะกระจายตัว (dispersion) ในตัวทำละลายได้ ดังแสดงการกระจายตัวของแกรฟีนออกไซด์ในตัวทำละลายชนิดต่างๆ ในรูปที่ 2.2



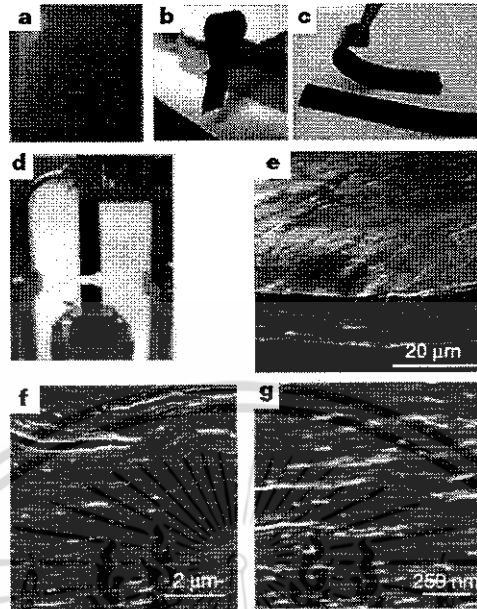
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของวัสดุแกรฟีนออกไซด์แบบต่างๆ [8]



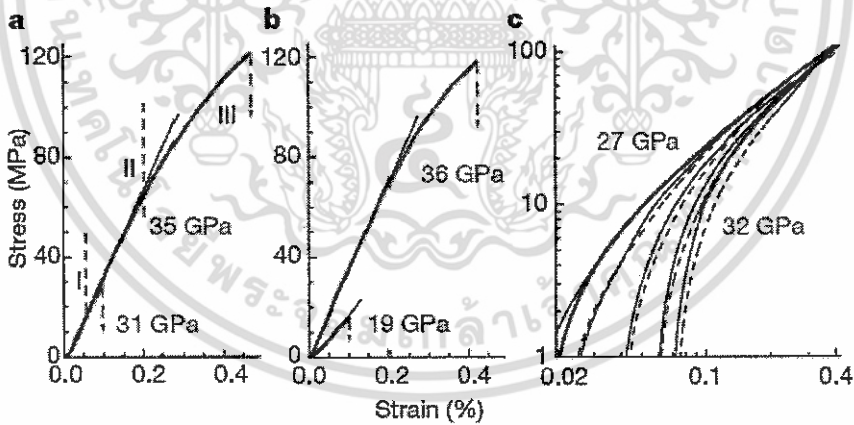
รูปที่ 2.2 ลักษณะการกระจายตัวของแกรฟีนออกไซด์ในน้ำและตัวทำละลายที่แตกต่างกันหลังจากเตรียมเสร็จ และหลังจากผ่านไป 3 อาทิตย์ [8]

### 2.3 การเตรียมฟิล์มจากวัสดุแกรฟีนออกไซด์และการประยุกต์ใช้

ในการเตรียมฟิล์มของแกรฟีนออกไซด์นั้น สามารถเตรียมได้หลายวิธี โดย Dikin [6] ได้ทำการเตรียมกระดาษแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide paper) ที่มีลักษณะคล้ายกับเป็นแผ่นกระดาษด้วยวิธีการกรอง สารแกรฟีนออกไซด์ที่กระจายตัวในน้ำที่ความเข้มข้น 3 mg/ml โดยใช้แผ่นกรอง Anodisc membrane ของบริษัท Whatman ขนาด 47 มิลลิเมตร ขนาดของรู 0.2  $\mu\text{m}$  หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้ง ซึ่งความหนาของ ฟิล์มแกรฟีนออกไซด์จะปรับเปลี่ยนได้จากปริมาณของสารที่ใช้ในการกรอง โดยรูปที่ 2.3 โดยแสดงลักษณะทาง พื้นผิวและลักษณะทางโครงสร้างของ graphene oxide paper ซึ่งจะพบว่า graphene oxide paper ที่ได้มีลักษณะของ tensile ที่ค่อนข้างดีดังแสดงในรูปที่ 6 ทำให้ graphene oxide paper สามารถนำไป ใช้งานในอุปกรณ์ที่ต้องการโค้งงอได้ (Flexible device)



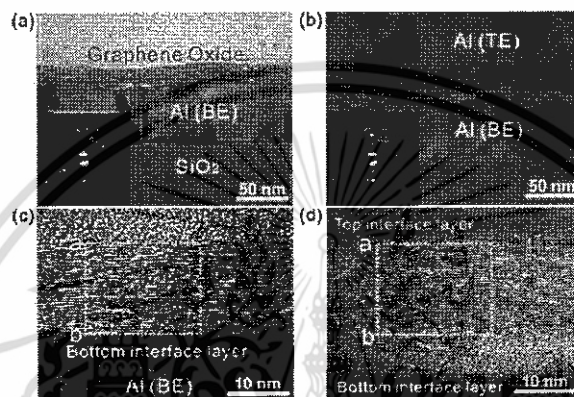
รูปที่ 2.3 ลักษณะทางพื้นผิวและลักษณะทางโครงสร้างของกระดาษแกรไฟีนออกไซด์และการทดสอบสมบัติเชิงกลของกระดาษแกรไฟีนออกไซด์ [6]



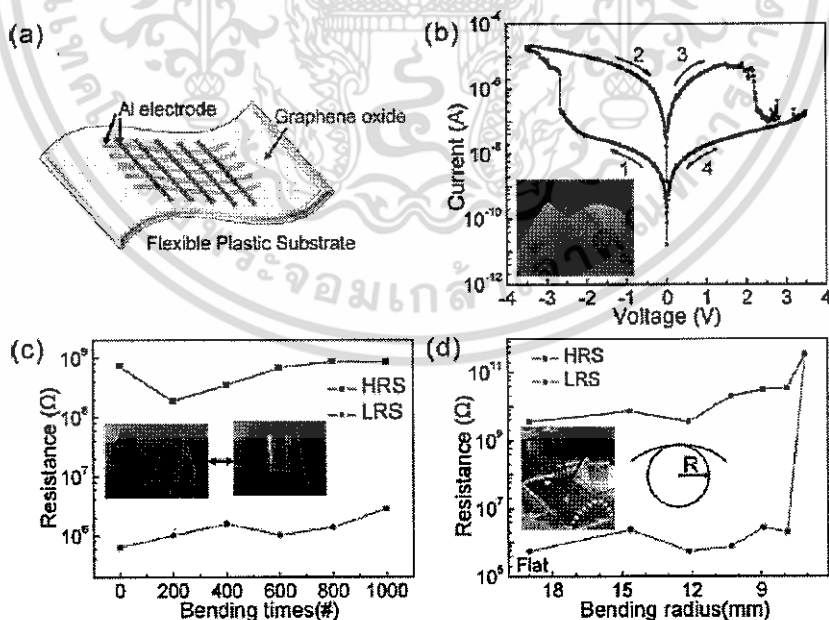
รูปที่ 2.4 ลักษณะของ tensile ของกระดาษแกรไฟีนออกไซด์โดยความหนาของกระดาษแกรไฟีนออกไซด์ ในรูป a, b และ c คือ 5.2  $\mu\text{m}$ , 5.5  $\mu\text{m}$  และ 11  $\mu\text{m}$  ตามลำดับ [6]

Jeong และคณะ [4] ได้สร้างอุปกรณ์หน่วยความจำแบบไม่ต้องอาศัยไฟเลี้ยงที่สามารถโค้งงอได้ โดยใช้การเคลือบหมุน (spin coat) สารกระจายตัวของแกรไฟีนออกไซด์ในน้ำ โดยสารแกรไฟีนออกไซด์ ที่อยู่ในรูปของผง ของแข็งจะถูกเตรียมด้วยวิธีของ Hummers ซึ่งความหนาของชั้นแกรไฟีนออกไซด์ จะมี

ค่าประมาณ 15 นาโนเมตร โดยใช้ขั้วไฟฟ้าที่เป็นขั้วโลหะอลูมิเนียมทั้งสองด้าน สำหรับฐานรองรับที่ใช้จะเป็นพลาสติกชนิด polyethersulfone (PES) ที่สามารถโค้งงอได้ โดยอุปกรณ์ดังกล่าวแสดงสมบัติหน่วยความจำแบบสอง สถานะอันเนื่องมาจากหมู่ของฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบที่จับกับ แผ่นแกรฟีนออกไซด์ สำหรับ รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะของรูปตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน ของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ และรูปที่ 2.6 แสดงลักษณะและการทำงานของอุปกรณ์หน่วยความจำแบบ ไม่ต้องอาศัยไฟเลี้ยงที่สามารถโค้งงอได้จากแกรฟีนออกไซด์

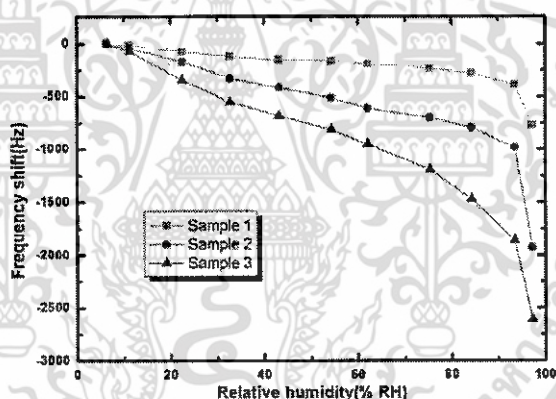


รูปที่ 2.5 ลักษณะของรูปตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่านของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธี การเคลือบหมุน โดยฟิล์มแกรฟีนออกไซด์จะมีความหนาประมาณ 15 นาโนเมตร [4]

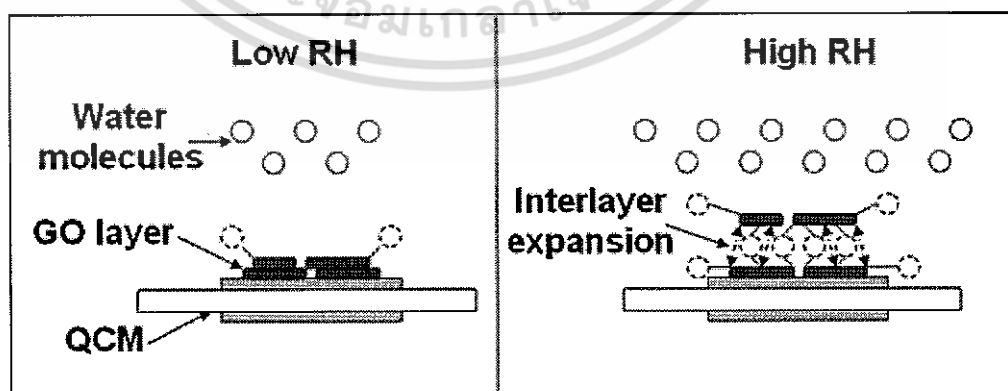


รูปที่ 2.6 ลักษณะและการทำงานของอุปกรณ์หน่วยความจำแบบไม่ต้องอาศัยไฟเลี้ยงที่สามารถโค้งงอได้จากแกรฟีนออกไซด์ [4]

Yao และคณะ [9] ได้ทำการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์บนแผ่นผลึกคริสตัล (quartz crystal microbalance) ที่ให้กำเนิดความถี่ โดยค่าความถี่ของที่ออกมาจากผลึกคริสตัลจะมีค่าที่เปลี่ยนแปลงไปตามค่าความชื้นที่ฟิล์มแกรฟีนออกไซด์วัดได้ ซึ่งในการทดลองดังกล่าวจะทำการสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์ด้วยวิธีของ Hummers แล้วทำการกระจายตัวให้เกิดเป็นสารละลายแกรฟีนออกไซด์ด้วยการสั่นด้วยคลื่นเสียง แล้วทำการเคลือบชั้นแกรฟีนออกไซด์ลงบนแผ่นผลึกคริสตัลด้วยวิธีการหมุนเคลือบจากการตรวจวัดค่าความถี่ที่เปลี่ยนแปลงไปตามค่าความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างจากชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ จะมีค่าเปลี่ยนแปลงไปดังรูปที่ 2.7 และอุปกรณ์ดังกล่าวจะมีความเสถียรภาพมากกว่า 20 วัน สำหรับกลไกการตรวจวัดความชื้นจะสามารถอธิบายได้ในสองช่วงคือในช่วงที่ค่าความชื้นที่ต่ำจะเกิดการเปลี่ยนแปลงภายในตัวฟิล์มแกรฟีนออกไซด์จากการที่โมเลกุลของน้ำมาทำอันตรกิริยาที่บริเวณ ขอบของแผ่นแกรฟีนออกไซด์ และในช่วงที่ค่าความชื้นที่สูงจะเกิดจากการแทรกตัวของโมเลกุลของน้ำไป ระหว่างชั้นของแกรฟีนออกไซด์ทำให้ค่าสมบัติของชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์เปลี่ยนแปลงไป โดยรูปที่ 2.8 แสดงกลไกการทำงานของอุปกรณ์ที่สร้างจากชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่ค่าความชื้นในช่วงต่างๆ



รูปที่ 2.7 ค่าความถี่ที่เปลี่ยนแปลงไปตามค่าความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างจากชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ [9]



รูปที่ 2.8 กลไกการทำงานของอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นจากชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ [9]

## 2.4 การเตรียมฟิล์มบางโดยการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิต

การเตรียมฟิล์มบางโดยวิธีการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrostatic spray deposition) [10] เป็นกระบวนการที่สามารถทำให้ของเหลวแตกตัวหยดของเหลว (droplet) ที่ได้จากกระบวนการนี้จะมีความเป็นประจุสูงซึ่งเป็นไปตามกฎของเรเลย์ (Rayleigh limit) มีขนาดเล็กมากซึ่งอยู่ในระดับนาโนเมตรความเป็นประจุและขนาดของหยดเล็กๆจะสามารถควบคุมได้โดยจากไฟฟ้าที่ให้เข้าไปการเคลื่อนที่ของหยดประจุจะสามารถควบคุมได้จากสนามไฟฟ้าประสิทธิภาพของประจุที่เกิดจากการปลุกด้วยการพ่นจะมีประสิทธิภาพความเป็นประจุที่ดีกว่าแบบหยดที่ไม่มีประจุกระบวนการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตได้มีการนำมาใช้ประยุกต์อย่างมากมายในกระบวนการอุตสาหกรรมและอุตสาหกรรมเครื่องมือทางด้านวิทยาศาสตร์ซึ่งจะเห็นว่ากระบวนการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตนี้สามารถนำมาใช้ประยุกต์กับเทคโนโลยีด้านวัสดุศาสตร์ทางด้านไมโครอิเล็กทรอนิกส์เครื่องมือระดับไมโครและเทคโนโลยีในระดับนาโน

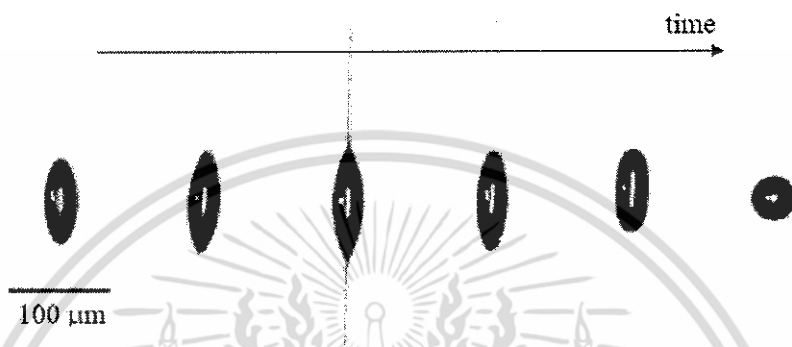
ในปี ค.ศ. 1915 Zeleny [11] ทำการวิจัยการเกิดละอองด้วยไฟฟ้าของสารละลายเอทานอลด้วยการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 1-5 kV การเกิดละอองดังกล่าวมีปัจจัยที่สำคัญคือความต่างศักย์ไฟฟ้าอัตราการไหลของของเหลวสมบัติของของเหลวและระยะห่างระหว่างปลายหลอดแก้วถึงแผ่นแพลทกระบวนการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตเป็นวิธีการที่ทำให้ของเหลวแตกตัวเป็นหยดเล็กๆด้วยแรงทางไฟฟ้าหรือเรียกว่าแรงทางไฟฟ้าสถิต (electrostatic force) หัวเข็มที่ทำให้แตกตัวเป็นไอออนนี้จะทำจากหลอดโลหะซึ่งมีปลายเข็มที่เล็กมากซึ่งเมื่อทำการให้กระแสไฟฟ้าแรงสูงเข้าไปจะเกิดการกดด้านข้างบนพื้นผิวของของเหลวเนื่องจากเกิดสนามไฟฟ้าเกิดขึ้นทำให้เกิดการยืดตัวของของเหลวที่ปลายเข็มและลำของเหลวที่ออกมาจากนั้น จะมีการแตกสลายตัวของของเหลวกลายเป็นหยดเล็กๆ กระจัดกระจายออกมาโดยหยดเล็กๆที่ได้จากกระบวนการพ่นนี้จะมีขนาดเล็กมากซึ่งมีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรข้อดีของการวิธีการนี้คือละอองหยดจะมีความเป็นประจุสูงมากซึ่งเป็นไปตามกฎของเรเลย์ซึ่งจะเกี่ยวข้องกับประจุของหยดที่ตกลงมาซึ่งประจุพวกนี้จะสามารถเอาชนะแรงตึงของพื้นผิวแล้วทำให้เกิดแตกตัวของอะตอมในที่สุด

ข้อที่สำคัญอย่างมากในการแบ่งลักษณะระบบการพ่นแบบนี้ ก็คือรูปแบบในการพ่น ซึ่งจะมีอยู่หลายแบบด้วยกัน โดยทั่วไปแล้วรูปแบบที่นำมากล่าวถึงตามงานวิจัยต่างๆแต่จะสามารถแบ่งเป็น 2 กลุ่มใหญ่คือ

1. ในกลุ่มแรกจะเป็นลักษณะของการแตกตัวเป็นหยดหลุดออกอย่างกระจัดกระจายมาของของเหลวที่บริเวณปลายเข็มซึ่งส่วนที่หลุดออกมาจะมีลักษณะหยดที่ใหญ่หยดขนาดเล็กและลักษณะของหยดที่กำลังยืดตัวอยู่ในขณะนั้นๆ
2. ส่วนในกลุ่มที่สองจะเป็นลักษณะของการแตกตัวเป็นฝอยๆจากของเหลวที่ยืดออกมาซึ่งจะเกิดการแตกสลายตัวกลายเป็นหยดเล็กๆเนื่องจากความไม่เสถียรของและจากการสังเกตจะพบว่าความเป็นฝอยหยดเล็กๆจะมีความราบเรียบและความสมบูรณ์มากและบางครั้งจะเห็นรัศมีของการเป็นฝอยเกิดขึ้นนะ

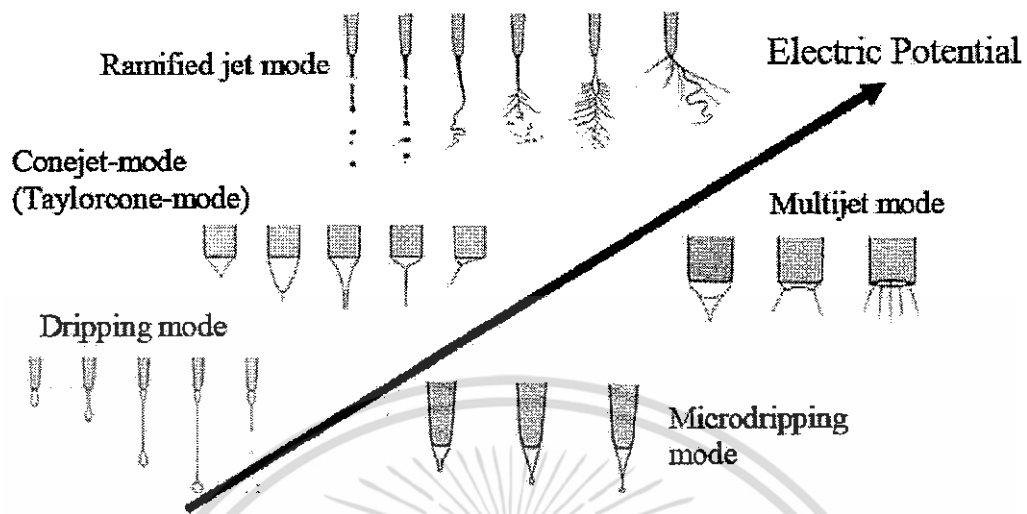
บริเวณปลายเข็มเกิดขึ้นหยดของเหลวเกิดจากการปลดปล่อยในโหมดลำของเหลว (liquid jet) และจากปรากฏการณ์ดังกล่าวจะสามารถอธิบายไปสู่การแตกตัวแบบการโต้ตอบ

ในปี ค.ศ. 2003 Duft และคณะวิจัยมีการศึกษาถึงผลของขนาดหยดของเหลวโดยมีการเปลี่ยนแปลงเงื่อนไขทำให้ได้ขนาดหยดของของเหลวจาก 58 ไมโครเมตรลดลงถึง 24 ไมโครเมตรดังแสดงในรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 การหยดแบบเรเลย์ [12]

สำหรับระบบการพ่นด้วยไฟฟ้ามีส่วนประกอบที่สำคัญคือการนำไฟฟ้าของหลอดนำสารขนาดเล็กที่นำไฟฟ้าที่เกิดจากการให้ศักย์ไฟฟ้าที่มีขนาดสูงและแผ่นกรวดโดยของเหลวจะถูกส่งผ่านมายังหลอดนำสารและเกิดการแตกตัวโดยสนามไฟฟ้าภายนอก โดย Cloupeau และ Prunet-Foch [12] ได้อธิบายถึงความแตกต่างในโหมดการพ่นของโหมดต่างๆได้โดยปัจจัยทาง geometry (ตัวอย่างเช่นระยะทางระหว่างหลอดนำสารและระหว่างแผ่นกรวดหรือวาล์วรัศมีของหลอดอัตราการใช้ สมบัติของของเหลว (แรงตึงผิว, การนำไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าโดยโหมดในการพ่นแบบต่างๆสามารถอธิบายได้โดยรูปที่ 2.10 โดยจะสามารถแบ่งได้เป็นตามรูป



รูปที่ 2.10 โหมดการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตแบบต่างๆ [12]

สำหรับการแบ่งรูปแบบ (mode) ของการพ่นจะสามารถแบ่งได้เป็น

- Dripping mode มีลักษณะเป็นแบบหยดต่อหยดลักษณะดังกล่าวเกิดจากการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าจากศูนย์จนกระทั่งของเหลวไหลลงและเกิดเป็นหยดของเหลวที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่าปลายหลอด capillary
- Micro dripping mode มีลักษณะเป็นหยดของเหลวที่มีขนาดเล็กกว่าใน Dripping mode โดยลักษณะที่ปลายหลอดและหยดของเหลวที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่าปลายหลอดนำสาร
- Cone jet mode หรือ Taylor cone-mode มีลักษณะหยดคือมีรูปร่างเป็นโคน (cone) ที่ปลาย capillary มีลำของเหลวต่อจากโคนและปลายของลำของเหลวจะเกิดเป็นละอองฝอยเนื่องจากไฟฟ้าสถิต โดยลักษณะของละอองฝอยที่เกิดจาก cone jet mode นี้มีการกระจายตัวของละอองที่สม่ำเสมอเป็นการแตกตัวที่สมบูรณ์
- Multijet mode มีลักษณะของละอองฝอยที่เกิดจากการเร่งด้วยสนามไฟฟ้าที่มีค่าสูงและเกิดละอองฝอยที่ปลายของหลอดนำสาร
- Ramified jet mode มีลักษณะของลำของเหลวที่เกิดจากลำของเหลวออกมาส่วนของลำของเหลวมีลักษณะที่แตกต่างจาก cone jet ตรงที่ตำแหน่งในการเกิดละอองฝอย

การพ่นแบบ Cone jet mode

ในการเตรียมฟิล์มบางโดยการพ่นจะใช้ในโหมดของ Cone jet mode ในการทำให้ของเหลวแตกตัวลงบนฐานรองรับในปี ค.ศ. 1952 Vonnegut และ Neubauer [12] ได้ทำการทดลองการพ่นด้วยไฟฟ้า

โดยไฟฟ้ากระแสตรงและกระแสสลับและทำให้เกิดการพ่นในโหมดต่างๆในที่นี้มีทั้ง Dripping mode และ Cone jet mode ต่อมา Zeleny พบว่าเป็นการยากที่จะทำให้เกิดการพ่นแบบ Cone jet mode บนน้ำไม่บริสุทธิ์เนื่องมาจากค่าการนำไฟฟ้าที่มีค่าสูงแต่มีประสบความสำเร็จในการพ่นสารละลายจำพวก แอลกอฮอล์น้ำมันหล่อลื่นและน้ำบริสุทธิ์ซึ่งเป็นผลมาจากค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำและค่าของแรงตึงผิวตัวอย่าง สมบัติที่สำคัญของของเหลวที่สามารถทำให้เกิด Cone jet mode แสดงดังตารางที่ 2.1 [12]

ตารางที่ 2.1 สารละลายที่ใช้ในการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตแล้วทำให้เกิดการแตกตัวแบบ cone jet

Liquid	$\rho$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$\mu$ [Pa s]	$\gamma$ [N/m]	$\epsilon_r$	K	Reference
Acetone	790	0.0032	0.023	20.7	53	Gañán-Calvo et al.(1997)
n-Butanol 99%pure	810	0.00294	0.0246	17.8	15	Rob Hartman (1998)
n-Butanol 99%+LiCl	810	0.00276	0.0252	17.3	101/216	Rob Hartman (1998)
Dioxane+ 2/4%formamide	1030	0.00139	0.03	2.3/2.5	0.24/1.1	Gañán-Calvo et al.(1997)
Ethylene glycol	1110	0.02	0.046	38.8	1	Jaworek and Krupa(1999)
Ethanol	789	0.00116	0.022	25	30	Jaworek and Krupa(1999)
Ethylene glycol	1109	0.02	0.048	37	76	Rob Hartman (1998)
Formamide	1130	0.0037	0.058	111	28400	Fernandez dela Mora and Loscertales (1994)
Glycerol	1262	0.92(25°C)	0.0063	X	1.57	Ku and Kim (2002)
Isopropanol	X	X	X	X	50	Ragucci et al. (2000)
Methanol	795	0.0059	0.021	33.6	85	Gañán-Calvo et al.(1997)

## 2.5 หลักการเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะของฟิล์ม

### 2.5.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

รังสีเอ็กซ์ (x-ray) เกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนซึ่งถูกเร่งในสนามไฟฟ้าให้มีพลังงานสูงแล้ววิ่งชนเป้าโลหะ ผลของการชนทำให้เกิดรังสีเอ็กซ์ขึ้นมา 2 ชนิดคือ รังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง (continuous x-ray) กับรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว (characteristic x-ray) รังสีเอ็กซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) เมื่อผ่านช่องว่างระหว่างอะตอมในผลึก เมื่อคลื่นเคลื่อนผ่านโครงสร้างผลึก จะเกิดการแทรกสอดทั้งแบบเสริมและแบบหักล้างกัน

วิลเลียม เฮนรี แบรกก์ (William Henry Bragg) นักฟิสิกส์ชาวอังกฤษ ได้ตั้งกฎการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในโครงสร้างผลึกขึ้นมา ได้ความว่า รังสีเอ็กซ์จะแทรกสอดแบบเสริมกันมากที่สุดเมื่อมีการกระเจิงออกจากแต่ละระนาบด้วยความแตกต่างของทางเดินคลื่น (path different) เป็นจำนวนเท่าของ

ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ แสดงดังรูปที่ 2.11 ซึ่งเป็นไปตามสมการที่ 2.1 ซึ่งเรียกว่า กฎของแบรกก์ (Bragg's law)

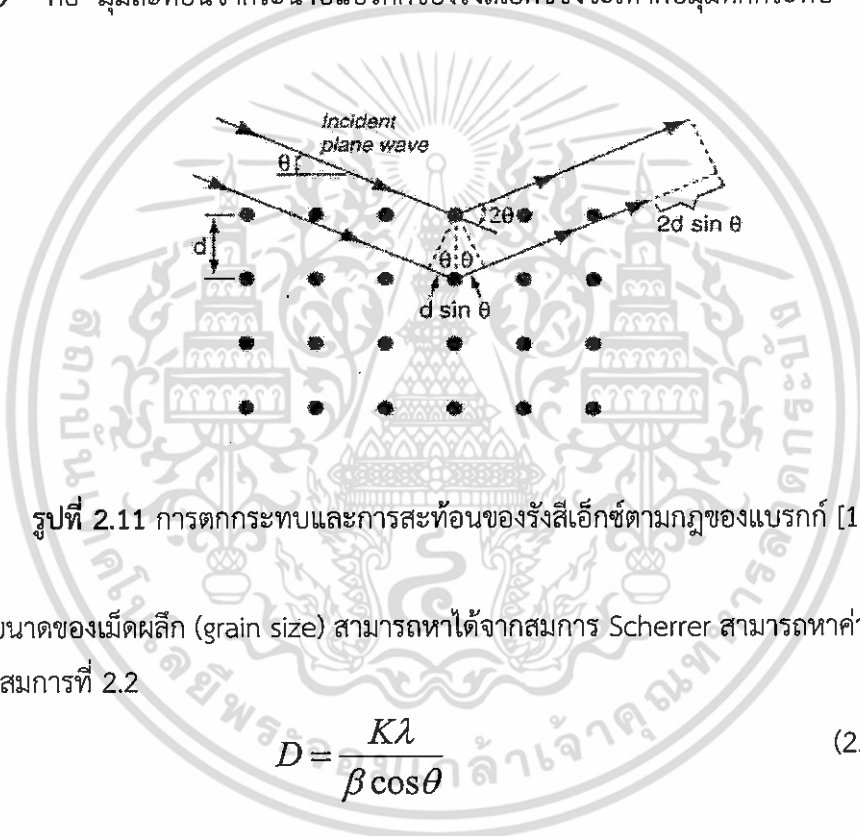
$$N\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (2.1)$$

เมื่อ  $N$  คือ ลำดับการเลี้ยวเบน มีค่าตั้งแต่ 1,2,3,...

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

$d_{hkl}$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

$\theta$  คือ มุมสะท้อนจากระนาบแบรกก์ของรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะเท่ากับมุมตกกระทบ



รูปที่ 2.11 การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ตามกฎของแบรกก์ [13]

ขนาดของเม็ดผลึก (grain size) สามารถหาได้จากสมการ Scherrer สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังสมการที่ 2.2

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.2)$$

เมื่อ  $D$  คือ ขนาดของเม็ดผลึก

$K$  คือ ค่าคงตัวซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก ( $0.84 \leq K \leq 0.94$ )

$\theta$  คือ มุมของการเลี้ยวเบน

$\beta$  คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน (Full Width at Half Maximum of the diffraction peak: FWHM)

$\lambda$  คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

### 2.5.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (Scanning Electron Microscope :SEM) ใช้ในการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของสารตัวอย่าง โดยตรวจสอบได้โดยการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดลงไบบนพื้นผิว แล้วแสดงผลบนจอหลอดรังสีแคโทด (Cathode Ray Tube : CRT) ซึ่งมีลักษณะเป็นภาพขาวดำ มีกำลังขยาย 10-300,000 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดของสารตัวอย่าง โดยมีหลักการทำงาน คือ อันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับสารตัวอย่างทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) และจับสัญญาณโดยตัวตรวจจับสัญญาณ แล้วนำสัญญาณที่ได้ไปขยาย และสร้างภาพบนจอ CRT

การทำงานของกล้อง SEM เริ่มต้นจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนที่เรียกว่า แคโทด เนื่องจากเป็นขั้วลบ ทำหน้าที่ในการผลิตอิเล็กตรอน จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงในช่วง 1-40 kV พร้อมทั้งบีบกลุ่มอิเล็กตรอนให้เป็นลำอิเล็กตรอนโดยระบบของเลนส์อิเล็กตรอน (electron lens) ซึ่งมีอยู่ 2 ชนิด คือ เลนส์คอนเดนเซอร์ (condenser lens) และเลนส์วัตถุ (objective lens) ทำหน้าที่ในการโฟกัสภาพ ในขณะเดียวกับลำอิเล็กตรอนจะกวาดไปบนผิวสารตัวอย่างโดยขดลวดสนามแม่เหล็ก (scanning coils) บนระนาบ x-y สิ่งสำคัญของการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดก็คือการเลือกสัญญาณจากอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับอะตอมของสารตัวอย่างมาสร้างเป็นภาพ ความแตกต่างจากผลของอันตรกิริยาต่อชนิดของสารตัวอย่างขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของธาตุในเนื้อสารตัวอย่าง และกระบวนการวัดสัญญาณด้วยตัวตรวจจับสัญญาณแบบต่างๆ สัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิมีความสำคัญมากในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของสารตัวอย่าง เนื่องจากสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิเกิดจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) ถ่ายโอนพลังงานให้แก่อะตอมของสารตัวอย่าง บริเวณชั้นอิเล็กตรอนหรืออิเล็กตรอนของสารตัวอย่างได้รับพลังงานที่สูงกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอะตอมอิเล็กตรอนก็จะหลุดออกจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ อีกทั้งสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิมีพลังงานต่ำ ดังนั้นเมื่ออิเล็กตรอนปฐมภูมิลงไปกระตุ้นอะตอมของสารตัวอย่างในบริเวณลึกจากผิวตัวอย่าง โอกาสที่สัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะหลุดออกมาจากชั้นความลึกนั้นน้อย เพราะสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกดูดกลืนโดยอะตอมบนผิวก่อนที่จะเล็ดลอดออกมา

$$\text{กำลังขยาย} = \frac{\text{พื้นที่บน CRT}}{\text{พื้นที่ของการกราดบนสารตัวอย่างของลำอิเล็กตรอน}} \quad (2.3)$$

สัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้ จะถูกดึงเข้าสู่ตัวตรวจจับสัญญาณ ซึ่งทำหน้าที่แปลงสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิเป็นสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากบริเวณที่เกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับผิวของสารตัวอย่างจะมีสัญญาณหลายชนิดเกิดขึ้น ดังนั้นจึงต้องเลือกสัญญาณเฉพาะที่ต้องการ ในกรณีของสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกดึงโดยสนามไฟฟ้าจากตัวตรวจจับสัญญาณ สัญญาณอิเล็กตรอน

ทุติยภูมิซึ่งมีพลังงานต่ำจะเคลื่อนที่อยู่บริเวณผิวของสารตัวอย่างหลังจากสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์อนทุติยภูมิถูกดึงโดยสนามไฟฟ้าที่ถูกไบแอสไว้ สัญญาณอิเล็กทรอนิกส์อนทุติยภูมิจะเคลื่อนเข้าสู่บริเวณ scintillator ซึ่งทำมาจาก  $\text{CaF}_2$  และฉาบผิวด้วยอลูมิเนียมบาง ทำหน้าที่เป็น collector ไบแอสศักย์ไฟฟ้าที่ 12 kV ซึ่งสนามไฟฟ้านี้จะเร่งให้สัญญาณอิเล็กทรอนิกส์อนทุติยภูมิเคลื่อนเข้าชน scintillator ทำให้เกิดสัญญาณแสง และจะถูกส่งไปตาม light guide เพื่อเปลี่ยนจากสัญญาณแสงไปเป็นสัญญาณไฟฟ้า แล้วจึงทำการขยายสัญญาณ เพื่อส่งต่อให้ระบบสร้างภาพบนจอ CRT กล่าวคือ เมื่ออิเล็กทรอนิกส์อนทุติยภูมิเป็นลำอิเล็กตรอน และโฟกัสด้วยเลนส์แม่เหล็กลงบนผิวของสารตัวอย่าง ลำอิเล็กตรอนจะถูกควบคุมโดยขดลวดสนามแม่เหล็ก ซึ่งเป็นขดลวดที่สร้างสนามแม่เหล็กควบคุมการกราดของลำอิเล็กตรอนไปบนผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งการกราดบนผิวของสารตัวอย่างนี้จะทำให้ได้สัญญาณต่างๆ สัญญาณควบคุมการกราดบนพื้นผิวนี้อาจทำงานเข้าจังหวะกับชุดควบคุมการสแกนของจอภาพ CRT จุดต่อจุดและเส้นต่อเส้น ในขณะที่เดียวกันสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์อนทุติยภูมิจะถูกนำไปควบคุมปริมาณความมืดสว่างบนจอ CRT เกิดเป็นภาพขึ้นตามระนาบการกราดของลำอิเล็กตรอนในกล้องจุลทรรศน์แบบ SEM เนื่องจากพื้นที่แสดงจอภาพ CRT โตกว่าพื้นที่การกราดบนผิวของสารตัวอย่างโดยลำอิเล็กตรอนในกล้องจุลทรรศน์ ดังนั้นจึงเกิดความสัมพันธ์ของกำลังขยายของภาพขึ้นดังนี้

ชุดของขดลวดแม่เหล็ก เป็นตัวควบคุมพื้นที่ของการกราดบนสารตัวอย่างของลำอิเล็กตรอน และนอกจากควบคุมพื้นที่ในการกราดแล้ว ยังควบคุมความเร็วในการกราดอีกด้วย ซึ่งการกราดมีความเร็วสูงซึ่งลักษณะความเร็วในการกราดนี้จะทำให้ภาพที่ออกมามีความละเอียดที่แตกต่างกัน ถ้าเราใช้ความเร็วในการกราดมีความเร็วสูง จะได้ภาพที่มีความละเอียดต่ำกว่าการใช้ความเร็วต่ำในการกราด

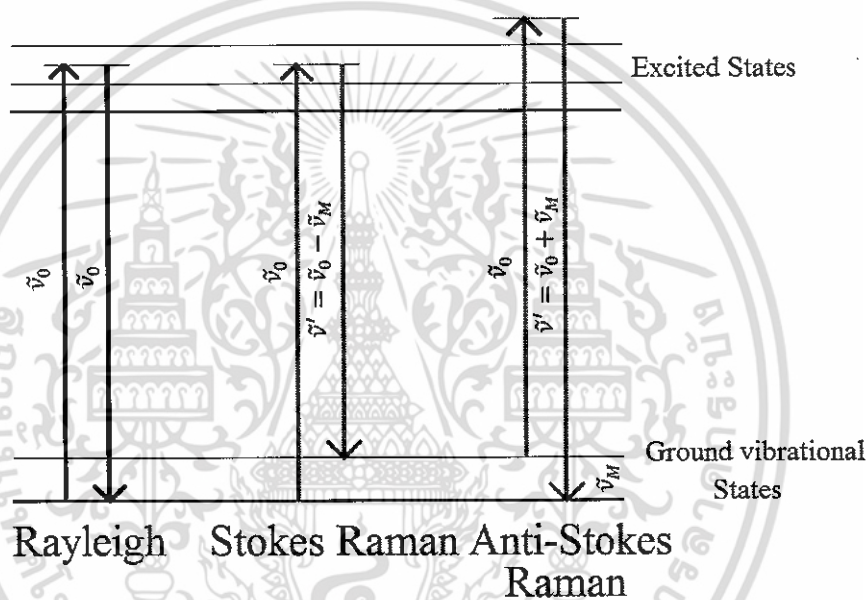
### 2.5.3 เครื่องรามานสเปกโตรสโกปี

เมื่อปี ค.ศ.1928 ซี.วี. รามาน นักฟิสิกส์ชาวอินเดีย ได้ค้นพบปรากฏการณ์ที่เกิดจากการชนของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ากับตัวกลางโปร่งใส (transparent medium) ทำให้คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านั้นเกิดการกระเจิงโดยมีการเปลี่ยนแปลงความถี่และเปลี่ยนเฟส ซึ่งเรียกว่า Raman scattering หรือ Raman effect ซึ่งการกระเจิงแสงนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของสาร และได้นำมาใช้เป็นประโยชน์ในการหาสูตรโครงสร้างทางเคมีของสาร ทำให้รามานได้รับรางวัลโนเบลสาขาฟิสิกส์ เมื่อปี ค.ศ.1931 [14, 15]

เทคนิครามานสเปกโตรสโกปีเป็นการวัดการกระเจิงของคลื่นแสงหลังจากได้ชนกับโมเลกุลที่กำลังสั่นและหมุน โดยการผ่านคลื่นแสงเอกรงค์ไปยังโมเลกุลที่มีการสั่นแบบสมมาตร คลื่นแสงเมื่อชนกับโมเลกุลแล้ว ถ้าเป็นการชนแบบยืดหยุ่นจะได้คลื่นแสงที่กระเจิงหลังจากการชนมีพลังงานเท่ากับพลังงานของคลื่นแสงที่ตกกระทบโมเลกุล การกระเจิงดังกล่าวเรียกว่า “การกระเจิงแบบเรย์ลี” (Rayleigh scattering) แต่ถ้าการชนนั้นเป็นแบบไม่ยืดหยุ่น จะได้คลื่นแสงที่กระเจิงหลังจากการชนที่มีพลังงานสูง

หรือต่ำกว่าพลังงานของคลื่นแสงที่ตกกระทบโมเลกุล การกระเจิงดังกล่าวเรียกว่า “การกระเจิงแบบรามาน” (Raman scattering) ดังแสดงในรูปที่ 2.12

รามานสเปกตรัมจัดเป็นสเปกตรัมที่ได้จากการวัดการกระเจิงของคลื่นแสงในช่วงความยาวคลื่น 15,000 ถึง 25,000  $\text{cm}^{-1}$  เพื่อใช้ศึกษาสูตรโครงสร้างโมเลกุลกับพันธะเคมี ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน ใช้ตรวจสอบคุณภาพวิเคราะห์ เช่น ตรวจสอบองค์ประกอบหลักจากสารผสมที่ซับซ้อน ใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์และสารชีวโมเลกุล ใช้ศึกษาเพื่อหาส่วนประกอบ โครงสร้าง ความเสถียรของสารประกอบเชิงซ้อน ค่าคงที่สมดุลของการแตกตัวของกรด เป็นต้น



รูปที่ 2.12 ไดอะแกรมการเกิดการกระเจิงแบบต่างๆ [14]

การกระเจิงแบบรามานเกิดจากคลื่นแสงเลเซอร์ที่มีความถี่เดียว ไปชนโมเลกุลและเกิดการกระเจิงจนทำให้โมเลกุลมีพลังงานสูงขึ้นไปอยู่ที่ระดับพลังงานกึ่งสถานะเร็ว (virtual state หรือ quasi-excited state ซึ่งเป็นระดับพลังงานที่อยู่ระหว่างสถานะพื้นของระดับพลังงานชั้นอิเล็กตรอนิก  $E_0$  และสถานะเร็วของระดับพลังงานชั้นอิเล็กตรอนิก  $E_1$ ) แล้วกลับสู่ระดับพลังงานสถานะพื้น  $E_0$  และเกิดการกระเจิงแบบรามานขึ้นมา 2 แถบ ได้เส้นสเปกตรัมที่มีความถี่ต่ำกว่าและสูงกว่าความถี่ของคลื่นแสงเลเซอร์ ดังนี้

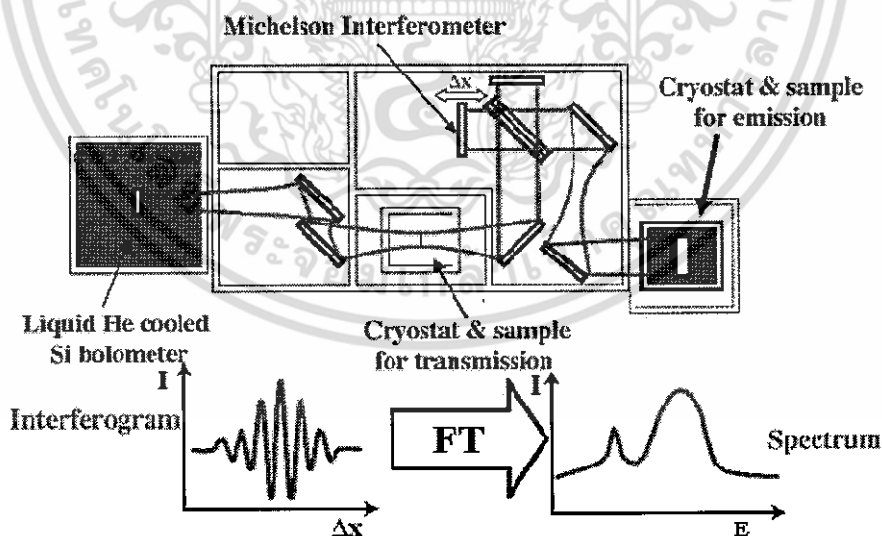
ก) เส้นสโตกส์ (Stoke line) เป็นเส้นสเปกตรัมที่มีความถี่ต่ำกว่าความถี่ของคลื่นแสงเลเซอร์ เกิดจากการชนกันระหว่างโฟตอนของคลื่นแสงเลเซอร์กับโมเลกุลที่อยู่ในสถานะพื้นของระดับพลังงานการสั่น ( $V=0$ ) เป็นผลทำให้โฟตอนมีพลังงานลดลง ส่วนโมเลกุลที่ได้รับพลังงานจากโฟตอนจะอยู่ในสถานะเร็ว และกลับลงสู่ระดับพลังงาน  $E_0$

ข) เส้นแอนติสโตกส์ (Anti-stoke line) เป็นเส้นสเปกตรัมที่มีความถี่มากกว่าความถี่ของคลื่นแสงเลเซอร์เกิดจากการชนกันระหว่างโฟตอนของคลื่นแสงเลเซอร์กับโมเลกุลที่มีอยู่ในสภาวะเร้าของระดับพลังงาน ( $V=1$ ) ทำให้โฟตอนได้รับพลังงานจากโมเลกุล ผลทำให้โมเลกุลกลับลงสู่สภาวะพื้น  $E_0$  และโฟตอนมีพลังงานเพิ่มขึ้น

ตามปกติแล้ว โมเลกุลที่สภาวะเร้า (ในที่นี้คือ virtual state) จะมีจำนวนน้อยกว่าที่สภาวะพื้น ตามกฎของโบสต์มันน์ ดังนั้นเส้นสโตกส์จึงมีความเข้มมากกว่าเส้นแอนติสโตกส์มาก การศึกษาทางรามานสเปกโทรสโกปีส่วนมากจะใช้เส้นสโตกส์

### 2.5.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Infrared spectroscopy) จะใช้หลักการกระจายแสงของสเปกตรัมการแผ่ของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงของอินฟราเรด แล้วทำการวัดค่าความเข้มแสงเปรียบเทียบกับความยาวคลื่นหรือเลขคลื่น ดังแสดงส่วนประกอบในรูปที่ 2.13 ซึ่งสิ่งที่วัดได้ออกมาจะอยู่ในรูปกราฟสเปกตรัม แต่สำหรับ Fourier Transform Infrared spectroscopy (FT-IR) จะใช้การวัดความเข้มแสงที่ความยาวคลื่นต่างๆอย่างต่อเนื่องเปรียบเทียบกับเวลา จากนั้นจะถูกเปลี่ยนให้เป็นสเปกตรัมของความเข้มของแสงต่อความยาวคลื่นหรือเลขคลื่นโดยการ Fourier Transform ด้วยระบบคอมพิวเตอร์ก็จะได้ออกมาเป็น Fourier transform spectrum ด้วย วิธีการนี้จะช่วยให้การวิเคราะห์มีความรวดเร็วเพิ่มขึ้น พร้อมทั้งได้ Resolution ที่ดีขึ้นอีกด้วย [14, 15]



รูปที่ 2.13 องค์ประกอบของเครื่อง FT-IR [15]

เครื่อง FT-IR มีส่วนประกอบต่างๆ ดังนี้

1. แหล่งกำเนิด Laser เพื่อใช้แสง Laser ในการปรับระยะของ Mobile mirror

- |                  |   |
|------------------|---|
| 2. Mobile mirror | เป็นกระจกเงาที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรด และสามารถเคลื่อนที่ได้  |
| 3. Fixed mirror  | เป็นกระจกเงาที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดเช่นเดียวกับ Mobile mirror แต่เคลื่อนที่ไม่ได้                               |
| 4. Beam splitter | เป็นส่วนที่จะทำการแยกรังสีอินฟราเรดที่ผ่านเข้ามาให้เป็นสองส่วนเท่าๆกัน คือสามารถทะลุผ่านไปได้ 50% และสะท้อนกลับไป 50% |
| 5. กระจกเงา      | บังคับรังสีอินฟราเรดสะท้อนไปยังทิศทางที่ต้องการได้  |
| 6. Sample holder | เป็นส่วนที่ใช้สำหรับบรรจุ sample ที่จะทำการวิเคราะห์  |
| 7. Detector      | ใช้วัดความเข้มแสงที่เหลือจากการดูดกลืนของตัวอย่าง   |

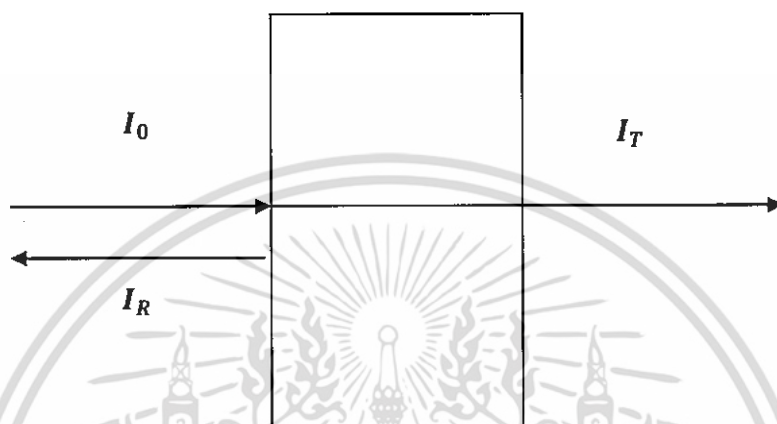
#### หลักการการทำงานของเครื่อง FT-IR

- แหล่งกำเนิดรังสีอินฟราเรดจะทำการผลิตรังสีอินฟราเรดในช่วงความยาวคลื่นหรือเลขคลื่นที่จะใช้ในการวิเคราะห์
- Beam splitter จะทำการปล่อยให้รังสีอินฟราเรดทะลุผ่านไปที่ fixed mirror 50% และสะท้อนกลับมาที่ mobile mirror 50%
- Fixed mirror จะสะท้อนรังสีอินฟราเรดกลับมาที่ Beam splitter
- Mobile mirror จะสะท้อนรังสีอินฟราเรดกลับมาที่ Beam splitter
- รังสีอินฟราเรดที่สะท้อนมาจากทั้ง mobile mirror และ fixed mirror จะมารวมกัน และเกิดการแทรกสอดกันขึ้น แต่จากการที่ mobile mirror สามารถเคลื่อนที่ได้โดยการควบคุมระยะการเคลื่อนที่โดยเลเซอร์ เมื่อ mobile mirror เคลื่อนที่ก็จะทำให้ระยะทางการสะท้อนกลับของรังสีอินฟราเรดของ mobile mirror และ fixed mirror ไม่เท่ากันซึ่งจะส่งผลให้รังสีอินฟราเรดที่ได้มีความยาวคลื่นเปลี่ยนแปลงอันเกิดจากการแทรกสอดแบบเสริมกันหรือหักล้างกัน เรียกว่า Interferogram
- อินฟราเรดที่มีความยาวคลื่นต่างๆ จะสะท้อนไปที่ Sample compartment ผ่าน Sample ซึ่งจะมีการดูดกลืนอินฟราเรดเอาไว้บางส่วนในบางความยาวคลื่น ส่วนอินฟราเรดที่ไม่ถูกดูดกลืนก็จะผ่านเข้าสู่ Detector สัญญาณที่ได้นั้น คอมพิวเตอร์จะทำการแปลงสัญญาณ Interferogram ด้วยสมการ Fourier transform ทำให้ได้สเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของสารที่มีความยาวคลื่นต่างๆ

#### 2.5.5 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยระบบยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี

การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยระบบยูวี-วิสิเบิล(UV-Vis) สเปกโทรสโกปี มาใช้ในการวิเคราะห์สารเริ่มเมื่อประมาณปี ค.ศ. 1930 ซึ่งนับเป็นสเปกโทรสโกปีแบบดูดซับชนิดแรก ช่วงความยาวคลื่นที่ใช้ในช่วงของยูวีอยู่ระหว่าง 190 -400 นาโนเมตร และขยายไปถึงช่วงของวิสิเบิล (VIS)จะอยู่ระหว่าง 380-

800 นาโนเมตรโดยหลักการการทะลุผ่านของแสงก็คือเมื่อแสงเดินทางไปที่ตกกระทบวัสดุ แสงบางส่วนจะสะท้อนกลับที่ผิววัสดุและจะมีแสงบางส่วนเดินทางเข้าไปข้างในวัสดุแสงบางส่วนดังกล่าวจะถูกดูดกลืนและจะมีบางส่วนที่ทะลุออกมา ดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 ลักษณะการเดินทางของแสงทะลุผ่านตัวกลาง

เมื่อ  $I_0$  คือ ความเข้มแสงที่ตกกระทบผิววัสดุ

$I_r$  คือ ความเข้มแสงที่สะท้อนจากผิววัสดุ

$I_t$  คือ ความเข้มแสงที่ทะลุผ่านผิววัสดุ

ในการศึกษาสมบัติทางแสงของสารอินทรีย์นั้น โดยระดับพลังงานในแต่ละช่วง มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงภายในของโมเลกุลที่มีสภาวะการเร้าต่างๆกันของการวัด โดยที่ช่วงของรังสีแกมมา ( $\gamma$ -ray) และรังสีเอกซ์มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของอิเล็กตรอนและทำให้เกิดการแตกของพันธะซึ่งนำไปสู่รายละเอียดของการวิเคราะห์โครงสร้างของสารได้ช่วงของ รังสีไกลอินฟราเรด(far infrared) คาบเกี่ยวกับไมโครเวฟมีผลต่อการเร้าให้เกิดการหมุนหรือการเคลื่อนที่ของโมเลกุลระดับพลังงานในช่วงของอัลตราไวโอเล็ตจะทำให้เกิดพันธะเกิดสภาวะเร้าสู่ระดับออร์บิทัลที่มีพลังงานสูงขึ้นไป ซึ่งจะสามารถบอกลักษณะของโมเลกุล ของสารประกอบอินทรีย์บางอย่างได้เช่น มีพันธะคู่ที่คอนจูเกต (conjugated double bond) เนื่องจากผลจากการเคลื่อนที่ย้ายของอิเล็กตรอน (electron delocalization)เป็นผลให้ช่องว่างของระดับพลังงานระหว่าง HOMO และ LUMO ลดลง ซึ่งหมายถึงพลังงานที่ใช้ในการกระตุ้นการเร้าของอิเล็กตรอนก็จะน้อยลงด้วย การดูดซับพลังงานของโมเลกุลประเภทนี้จึงอยู่ที่ความถี่ต่ำลง

ในการดูดกลืนแสงช่วงยูวีปริมาณแสงที่พอเหมาะทำให้เกิดการเร้าอิเล็กตรอน (electronic excitation) จากสถานะพื้น (ground state) ไปสู่สถานะเร้า (excited state) กล่าวคืออิเล็กตรอนจากระดับที่มีพลังงานต่ำจะถูกกระตุ้นให้ขึ้นไปอยู่ที่ระดับพลังงานที่สูงกว่า พลังงานที่ดูดกลืนโดยโมเลกุลหรืออะตอมนั้นจะมีค่าเท่ากับผลต่างของพลังงานที่สูงกว่า พลังงานที่ถูกดูดกลืนโดยโมเลกุลหรืออะตอมนั้นจะมีค่าเท่ากับผลต่างของพลังงาน ( $\Delta E$ ) ระหว่างสถานะเร้ากับสถานะพื้นในการเร้าอิเล็กตรอนของพันธะซิกมา ( $\sigma$ -bond) จะใช้พลังงานสูงกว่า (ความยาวคลื่นสั้นกว่า) ในพันธะไพ ( $\pi$ -Bond) เนื่องจากช่วงพลังงานระหว่างออร์บิทัลที่ไม่ก่อพันธะ (nonbonding) กับออร์บิทัลก่อพันธะ (bonding) ของพันธะซิกมากว่า ในพันธะไพโมเลกุลที่ดูดกลืนแสงยูวีช่วงความยาวคลื่นต่ำประมาณ 150 นาโนเมตรลงมามากจะประกอบด้วยพันธะซิกมาเนื่องจากเป็นพลังงานที่สามารถเร้าอิเล็กตรอนของพันธะซิกมาได้ แต่เนื่องจากช่วงของความยาวคลื่นที่ใช้มักอยู่ที่ประมาณ 200 -400 นาโนเมตรสำหรับยูวีและช่วง 200-800 nm สำหรับยูวี-วีส์ตีเบิล ดังนั้นโมเลกุลส่วนใหญ่ที่เกี่ยวข้องกับยูวีสเปกโทรโฟโตมิเตอร์มักจะมีสารประกอบที่มีพันธะไพ

โมเลกุลที่ดูดกลืนแสงยูวีช่วงความยาวคลื่นต่ำประมาณ 150 นาโนเมตรลงมามากจะประกอบด้วยพันธะซิกมาเนื่องจากเป็นพลังงานที่สามารถเร้าอิเล็กตรอนของพันธะซิกมาได้ แต่เนื่องจากช่วงของความยาวคลื่นที่ใช้มักอยู่ที่ประมาณ 200 -400 นาโนเมตรสำหรับยูวีและช่วง 200-800 nm สำหรับยูวี-วีส์ตีเบิล ดังนั้นโมเลกุลส่วนใหญ่ที่เกี่ยวข้องกับยูวีสเปกโทรโฟโตมิเตอร์มักจะมีสารประกอบที่มีพันธะไพ

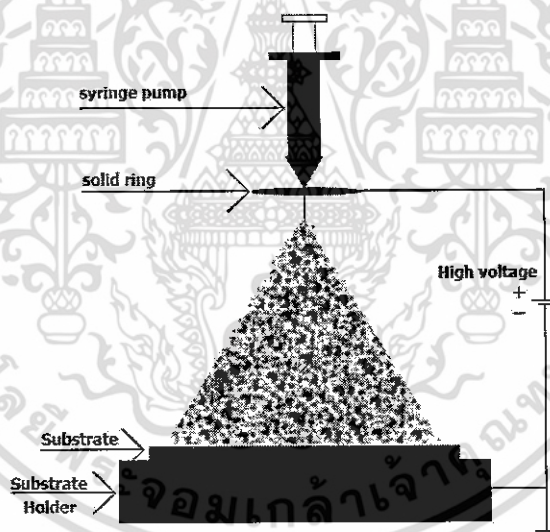
### บทที่ 3

#### ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

จากการศึกษาและค้นคว้าข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับวัสดุแกรฟีนออกไซด์ และเทคนิคการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตย์แล้วนั้น ในบทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนและวิธีดำเนินงาน เริ่มจากการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ บนฐานรองรับที่เป็นกระจก เพื่อนำฟิล์มที่เตรียมขึ้นมาสร้างเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น

#### 3.1 การเตรียมฟิล์มบางโดยระบบการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิต

ในงานวิจัยนี้จะทำการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ด้วยระบบการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตเพื่อประยุกต์ใช้งานในการสร้างอุปกรณ์ต่อไป โดยระบบการเตรียมฟิล์มด้วยเทคนิคดังกล่าวมีส่วนประกอบที่สำคัญได้แก่แหล่งกำเนิดไฟฟ้าศักย์สูงหลอดบรรจุสารหัวเข็มแผ่นฐานรองรับและห้องสำหรับการพ่น สำหรับรูปที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบของระบบการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีดังกล่าว

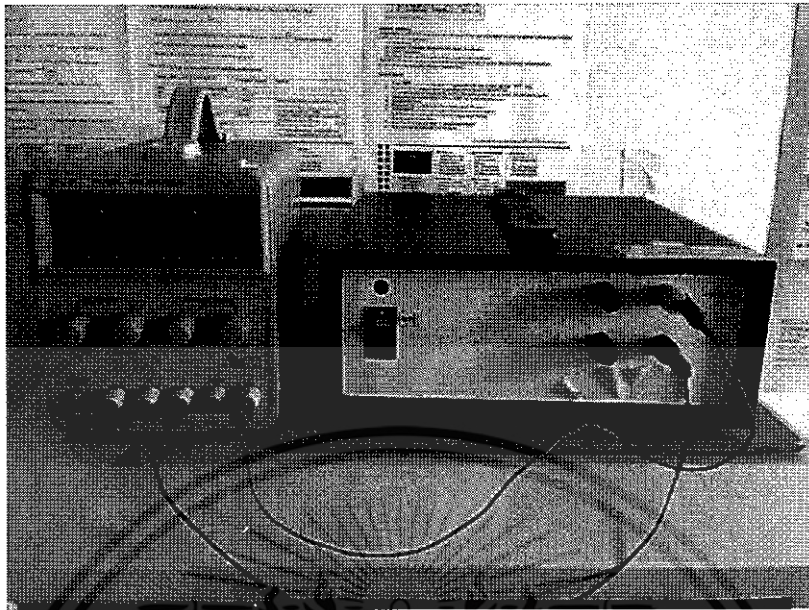


รูปที่ 3.1 ระบบการเตรียมฟิล์มบางโดยการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิต

ส่วนประกอบของระบบการเตรียมฟิล์มบางโดยการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตนี้ จะประกอบด้วย

##### 3.1.1 แหล่งกำเนิดไฟฟ้าศักย์สูง

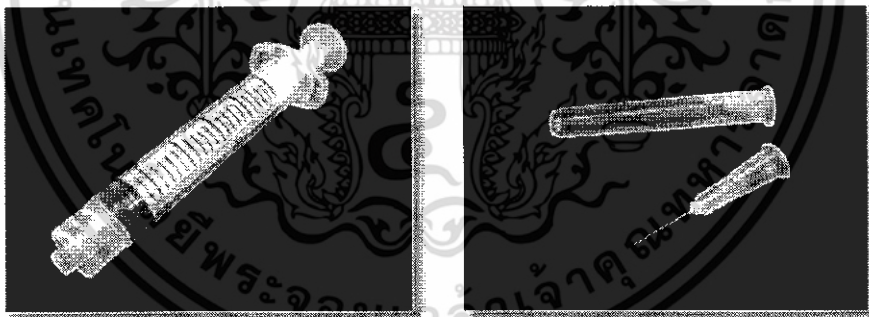
ในงานวิจัยนี้ใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้าศักย์สูงชนิดกระแสตรง (direct current high voltage power supply) โดยสามารถปรับค่าแรงดันไฟฟ้าตามที่ต้องการได้ตั้งแต่ 0 ถึง 20 กิโลโวลต์ ดังแสดงในรูปที่ 3.2 โดยแหล่งจ่ายไฟฟ้านี้ประกอบขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ



รูปที่ 3.2 แหล่งกำเนิดไฟฟ้าศักย์สูงกระแสตรง

### 3.1.2 หลอดบรรจุสารและหัวเข็ม

หลอดบรรจุสารในงานวิจัยนี้จะใช้สำหรับบรรจุสารตั้งต้นสำหรับการพ่นเคลือบและหัวเข็มสำหรับการพ่นละอองฝอย ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 หลอดบรรจุสารและหัวเข็มสำหรับการพ่น

### 3.1.3 แผ่นฐานรองรับ

ในการทดลองใช้แผ่นฐานรองรับที่เป็นโลหะนำไฟฟ้าเพื่อทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้าศักย์สูงกระแสตรงดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยที่แผ่นฐานรองรับดังกล่าวจะมีขดลวดให้ความร้อน และหัววัดอุณหภูมิติดอยู่ เพื่อที่จะสามารถควบคุมอุณหภูมิของแผ่นฐานรองรับในขณะที่ทำการเตรียมฟิล์มได้



รูปที่ 3.4 แผ่นฐานรองรับ

#### 3.1.4 ระบบป้อนสาร

สำหรับการเตรียมฟิล์มด้วยระบบการเตรียมฟิล์มบางโดยการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตนั้น ต้องมีส่วนของระบบสำหรับการป้อนสารตั้งต้นที่บรรจุในหลอดบรรจุสาร โดยจะต้องควบคุมอัตราการไหลของสารตั้งต้นได้ ซึ่งอัตราการไหลดังกล่าวจะมีความสัมพันธ์กับค่าแรงดันไฟฟ้าและค่าอุณหภูมิของฐานรองรับ สำหรับในโครงการวิจัยนี้ ได้ใช้ syringe pump รุ่น NE1000 ของบริษัท New Era Pump Systems ดังแสดงรูปของอุปกรณ์ที่ใช้ในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 syringe pump รุ่น รุ่น NE1000 ของบริษัท New Era Pump Systems

### 3.2 การทำความสะอาดแผ่นฐานรองรับ

ในการเตรียมฟิล์มบางนั้นจะต้องมีฐานรองรับเพื่อให้ฟิล์มของสารเกาะยึดบนฐานรองรับดังกล่าว ซึ่งก่อนที่จะนำฐานรองรับมาใช้งานนั้นจะต้องมีกระบวนการในการทำความสะอาดฐานรองรับเพื่อขจัดคราบสิ่งสกปรกที่ติดค้างอยู่เสียก่อนโดยในโครงการวิจัยนี้จะใช้กระบวนการล้างที่เรียกว่ากระบวนการแอลกอฮอล์ (Alcohol process) ซึ่งจะมีขั้นตอนการทำความสะอาดดังนี้

- (1) นำกระจกไปล้างด้วยน้ำยาล้างคราบไขมัน
- (2) ล้างกระจกด้วยน้ำไร้ประจุในเครื่องอัลตราโซนิค (ultrasonic cleaner) เป็นเวลา 10 นาที
- (3) ล้างกระจกด้วยอะซิโตน (Acetone;  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) ในเครื่องอัลตราโซนิคเป็นเวลา 10 นาที
- (4) ล้างกระจกด้วยเมทานอล (Methanol;  $\text{CH}_3\text{OH}$ ) ในเครื่องอัลตราโซนิคเป็นเวลา 10 นาที
- (5) ล้างกระจกด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol;  $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$ ) ในเครื่องอัลตราโซนิคเป็นเวลา 10 นาที
- (6) อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเป็นเวลา 10 นาที

### 3.3 การเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์

การเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ในงานวิจัยนี้จะมีขั้นตอนสองส่วนคือ ในส่วนแรกจะทำการเตรียมอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการทางเคมีและในส่วนที่สองจะเป็นการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์จากอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมได้ในส่วนแรก โดยการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิตจะมีการกำหนดเงื่อนไขที่ต้องศึกษาเพื่อนำไปสร้างเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น

สำหรับการเตรียมอนุภาคแกรฟีนออกไซด์นั้น จะทำการเตรียมด้วยวิธี Hummers โดยใช้สารตั้งต้นเป็นเป็นผงแกรไฟต์ แล้วนำไปทำปฏิกิริยาโดยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) จะถูกเติมลงไปในการผสมระหว่าง ผงแกรไฟต์และโซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{NaNO}_3$ ) หลังจากนั้น สารผสมจะถูกทำให้เย็นที่ศูนย์องศาเซลเซียส แล้วจะเติมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) โดยจะต้องควบคุมอุณหภูมิระหว่างการเกิดปฏิกิริยาให้ต่ำกว่า 20 องศาเซลเซียสแล้วทำการเติมน้ำบริสุทธิ์ลงไปซึ่งจะทำให้อุณหภูมิของสารละลายเพิ่มสูงขึ้น หลังจากนั้นทำการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) แล้วปล่อยให้สารละลายเย็นตัวลง แล้วทำการล้างและทำการปั่นหมุนแล้วนำไปอบให้แห้ง จากนั้นนำผงแกรฟีนออกไซด์ ที่เตรียมได้มาทำการกระจายตัว (dispersion) ในสารละลายเมทานอลเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ต่อไป

สำหรับในการทดลองจะทำการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์โดยใช้ไฟฟ้าคัลยสูงโดยจะทำการสร้างเงื่อนไข แต่ละเงื่อนไขมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของฟิล์มที่เตรียมได้ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้

ทำการศึกษาในเงื่อนไขหลักๆ สองเงื่อนไขคือ ระยะเวลาในการปลูกฟิล์มและผลของอุณหภูมิฐานรองรับ ในขณะที่ทำการเตรียมฟิล์ม โดยในการเตรียมฟิล์มบางในเงื่อนไขทั้งสองจะใช้การพ่นด้วยศักย์ไฟฟ้า 9 กิโลโวลต์ อัตราการไหลของสารละลายตั้งต้นที่ 2 มิลลิลิตรต่อชั่วโมงและระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับฐานรองรับ 4 เซนติเมตร

### 3.3.1 เงื่อนไขของระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม

เตรียมสารละลายแกรฟีนออกไซด์ในสารละลายในเมทานอล จากนั้นนำทำการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ฐานรองรับเป็นกระจกสไลด์ ที่ระยะเวลาแตกต่างกันที่ 15 ถึง 60 นาที

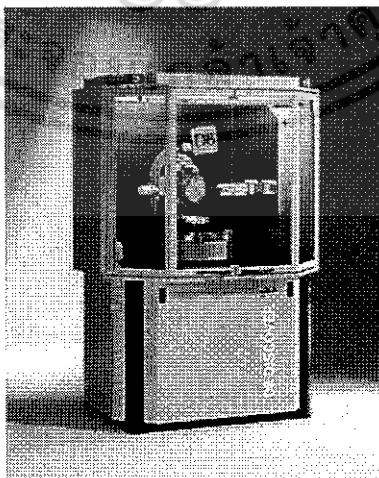
### 3.3.2 เงื่อนไขอุณหภูมิฐานรองรับ

เตรียมสารละลายแกรฟีนออกไซด์ในสารละลายในเมทานอล จากนั้นนำทำการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ฐานรองรับเป็นกระจกสไลด์ โดยให้ความร้อนกับฐานรองรับ ที่อุณหภูมิ 30, 60, 80, และ 100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 30 นาที

## 3.4 การตรวจสอบสมบัติของฟิล์ม

### 3.4.1 การตรวจสอบสมบัติความเป็นผลึกของฟิล์ม

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์อาศัยหลักการของการเลี้ยวเบนที่เป็นไปตามกฎของแบรกก์กราฟที่ได้จากการตรวจสอบจะเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์และมุมของการเลี้ยวเบนเรียกว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนซึ่งธาตุและสารประกอบแต่ละชนิดจะมีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนเฉพาะตัวเครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ รุ่น bruker d8 discover



รูปที่ 3.6 เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ รุ่น bruker d8 discover

### 3.4.2 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดใช้ในการส่องดูลักษณะพื้นผิวของตัวอย่างโดยการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแสดงผลบนจอคอมพิวเตอร์มีลักษณะภาพเป็นภาพขาวดำมีกำลังขยาย 10 - 300,000 เท่าขึ้นกับชนิดของตัวอย่างหลักการทำงานคืออันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่างทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิและจับสัญญาณโดยตัวตรวจจับสัญญาณนำสัญญาณไปขยายและสร้างเป็นภาพออกมาแล้วนำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างเป็นภาพแสดงบนหน้าจอกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดรุ่น JEOL JEM 6340



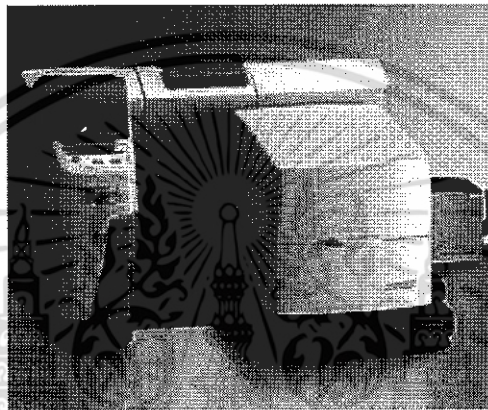
รูปที่ 3.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดรุ่น JEOL JEM 6340

### 3.4.3 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปี

เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปี (UV-VIS Spectrophotometer) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารโดยใช้หลักการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเลตและช่วงที่ตามองเห็นนั่นก็คือช่วงความยาวคลื่นประมาณ 190-1000 นาโนเมตร(nm) ของสารเคมีต่างๆได้แก่สารอินทรีย์ (organic compound) สารประกอบเชิงซ้อน(complex compound) หรือสารอนินทรีย์ (inorganic compound) โดยนำสารตัวอย่างใส่ในที่ใส่ตัวอย่าง (Sample Holder) แล้ววางในบริเวณใกล้แหล่งกำเนิดแสงสารตัวอย่างจะดูดกลืนรังสีหรือแสงบางส่วนไว้แสงที่ไม่ดูดกลืนจะผ่านออกมายังตัวตรวจจับแสงที่เป็นโฟโตมัลติพลีเออร์ (photomultiplier tube, PMT ) เครื่องวัดแสงจะทำการวัดปริมาณแสงที่ออกมาโดยการหักล้างกับปริมาณของแสงก่อนดูดกลืนจากนั้นจะทำการประมวลผลเป็นเส้นสเปกตรัมซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง ( absorbance ) และค่าความยาวคลื่น

#### 3.4.4 ระบบรามานสเปกโตรสโคปี

ระบบรามานสเปกโตรสโคปีจะทำการวัดการกระเจิงของคลื่นแสงที่ออกมาจากชิ้นงานตัวอย่าง เพื่อใช้สำหรับตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลกับพันธะทางเคมี ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมี ใช้สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพของ สารอินทรีย์ สารอนินทรีย์และสารชีวโมเลกุล เพื่อหาส่วนประกอบ โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน ใช้สำหรับการตรวจสอบองค์ประกอบหลักจากสารผสมที่ซับซ้อนได้ โดยในงานวิจัยนี้จะใช้ระบบรามานสเปกโตรสโคปีเพื่อตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มที่ได้เตรียมขึ้น โดยใช้เครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของบริษัท ดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 เครื่องรามานสเปกโตรสโคปี รุ่น Thermo scientific DXR SmartRaman

#### 3.4.5 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer: FTIR) รุ่น Perkin Elmer FT-IR Spectrum GX แสดงดังรูปที่ 3.9 จะใช้สำหรับการตรวจสอบพันธะทางเคมีของฟิล์มที่ได้เตรียมขึ้น



รูปที่ 3.9 เครื่อง FT-IR รุ่น Perkin Elmer FT-IR Spectrum GX

### 3.5 การตรวจสอบสมบัติของอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น

เมื่อทำการสร้างอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นนั้น ระบบที่ใช้ในการสอบเทียบความชื้นของตัวอุปกรณ์ จะสามารถสอบเทียบได้ตามวิธีของ NIST (National Institute of Standard and Technology) ประเทศ สหรัฐอเมริกา [16] โดยใช้การวัดหาค่าสมบัติทางไฟฟ้าของตัวอุปกรณ์ภายใต้เงื่อนไขของสภาพความชื้นที่มี สารละลายเกลืออิมิตัว ซึ่งสารละลายเกลืออิมิตัวแต่ละชนิดจะเป็น ตัวกำหนดค่าความชื้นสัมพัทธ์ โดยค่าความสัมพันธ์ระหว่างชื้นสัมพัทธ์และสารละลาย ที่ขึ้นกับค่าอุณหภูมิ จะแสดงใน ตารางที่ 1 นอกจากนั้น ในการหาค่ากลไกการทำงานของ อุปกรณ์เซนเซอร์วัดความชื้น จะสามารถทำได้ด้วย การวัดหาค่า อิมพีแดนซ์ของอุปกรณ์ ด้วยเทคนิค Impedance spectroscopy ที่ความถี่ของสัญญาณ ที่ใช้ทดสอบที่แตกต่างกัน แล้วนำค่าอิมพีแดนซ์ มาเขียนกราฟระหว่าง ค่าอิมพีแดนซ์ส่วนจริง และค่าอิมพีแดนซ์เชิงซ้อนซึ่งเรียกว่า Cole-Cole plot แล้วทำการจำลองวงจร ที่มีการอุปกรณ์ที่มี การตอบสนองต่อความถี่ตรงกับลักษณะของ กราฟ Cole-Cole plot ซึ่งจะสามารถนำมาใช้ในการอธิบาย การทำงานของ อุปกรณ์ได้

ตารางที่ 3.1 ค่าความชื้นสัมพัทธ์ของสารละลายอิมิตัว ที่อุณหภูมิต่างๆ [16]

อุณหภูมิ (°C)	Lithium Chloride Solution (LiCl)	Magnesium Chloride Solution (MgCl)	Magnesium Nitrate Solution (Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )	Sodium Chloride Solution (NaCl)	Potassium Nitrate Solution (K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )
5	13	33.6	58	75.7	98.5
10	13	33.5	57	75.7	98.2
15	12	33.3	56	75.6	97.9
20	12	33.1	55	75.5	97.6
25	11.3	33.8	53	75.3	97.3
30	11.3	32.4	52	75.1	97.0
35	11.3	32.1	50	74.9	96.7
40	11.2	31.6	49	74.7	96.4
45	11.2	31.1	-	74.5	96.1
50	11.1	30.5	46	74.6	95.8

## บทที่ 4

### ผลการดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการดำเนินการวิจัย โดยในโครงการวิจัยนี้จะทำการศึกษาผลของระยะเวลาในการเตรียมฟิล์ม และผลของอุณหภูมิของฐานรองรับที่ส่งผลต่อสมบัติของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่ได้เตรียมขึ้น จากนั้นจะได้กล่าวถึงการสร้างอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นจากฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมได้ต่อไป

#### 4.1 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์

เมื่อทำการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ด้วยวิธีพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิตที่เงื่อนไขของระยะเวลาในการเตรียมฟิล์มที่แตกต่างกันและอุณหภูมิของฐานรองรับในขณะที่ทำการเตรียมที่ต่างกัน จากนั้นแล้วนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปทำการตรวจสอบสมบัติของฟิล์มด้วยเทคนิคต่างๆ ดังแสดงในผลการทดลองต่อไปนี้

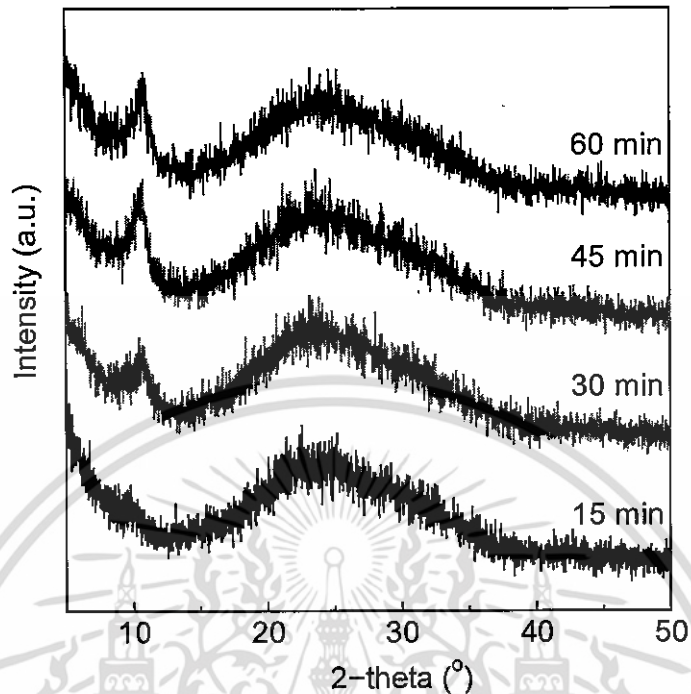
##### 4.1.1 ผลการตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาที่แตกต่างกัน จะสามารถตรวจสอบได้จากการวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ซึ่งจากรูปจะพบยอดของการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ที่มุมเลี้ยวเบน 10.6 องศาซึ่งสอดคล้องกับระนาบเลี้ยวเบน (002) โดยปกติแล้วมุมเลี้ยวเบนของวัสดุจำพวกแกรไฟต์และแกรฟีนจะพบที่มุม 25 องศา ซึ่งการพบมุมเลี้ยวเบนที่ 10.6 องศา นั้นเกิดจากผลของการที่มีหมู่ฟังก์ชันทางเคมีเข้ามาสร้างพันธะกับชั้นของแกรฟีนเกิดเป็นแกรฟีนออกไซด์ ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของแผ่นแกรฟีนขยายออกทำให้ค่าของมุมเลี้ยวเบนเปลี่ยนแปลงไปนั่นเอง จากนั้นจะพบว่า เมื่อใช้ระยะเวลาในการเตรียมฟิล์มที่มากขึ้นจะทำให้ค่าความสูงของยอดการเลี้ยวเบนมีค่ามากขึ้นซึ่งเป็นผลจากการทับถมของชั้นแกรฟีนออกไซด์ที่มากขึ้นนั่นเอง

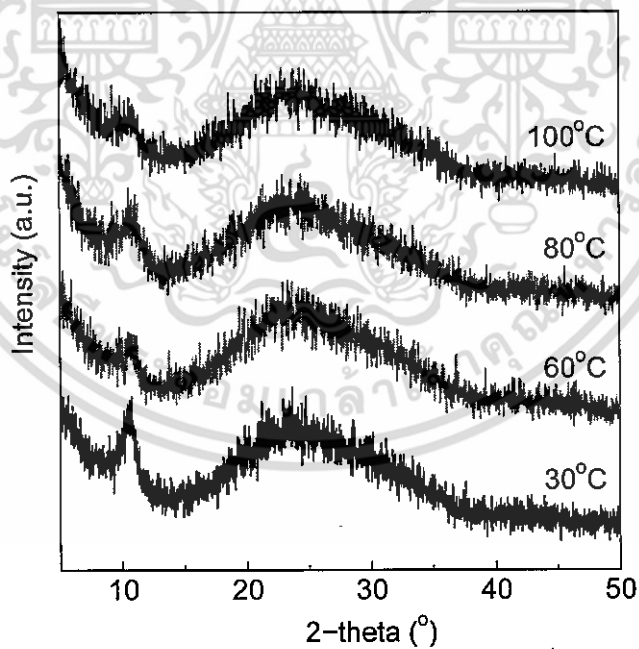
จากค่าของมุมเลี้ยวเบนที่ระนาบเลี้ยวเบน (002) จะสามารถนำมาหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบได้จากสมการของ Bragg ดังต่อไปนี้

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (4.1)$$

เมื่อ  $n$  คือเลขจำนวนเต็ม  $\lambda$  คือค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์  $d$  คือระยะห่างระหว่างระนาบของชั้นแกรฟีนออกไซด์ และ  $\theta$  คือมุมของการเลี้ยวเบน โดยค่าของจำนวนของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาที่แตกต่างกันแสดงในตารางที่ 4.1 โดยจะพบว่าค่าระยะห่างระหว่างระนาบของชั้นแกรฟีนออกไซด์จะลดลงเมื่อใช้ระยะเวลาในการเตรียมฟิล์มที่มากขึ้น



รูปที่ 4.1 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.2 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 4.1 ค่าตัวแปรทางโครงสร้างของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่เวลาแตกต่างกัน

เวลาในการเตรียมฟิล์ม (นาท)	มุมเลี้ยวเบน ( $2\theta$ )	d-space (nm)
15	9.76	9.06
30	10.6	8.34
45	10.66	8.29
60	10.74	8.23

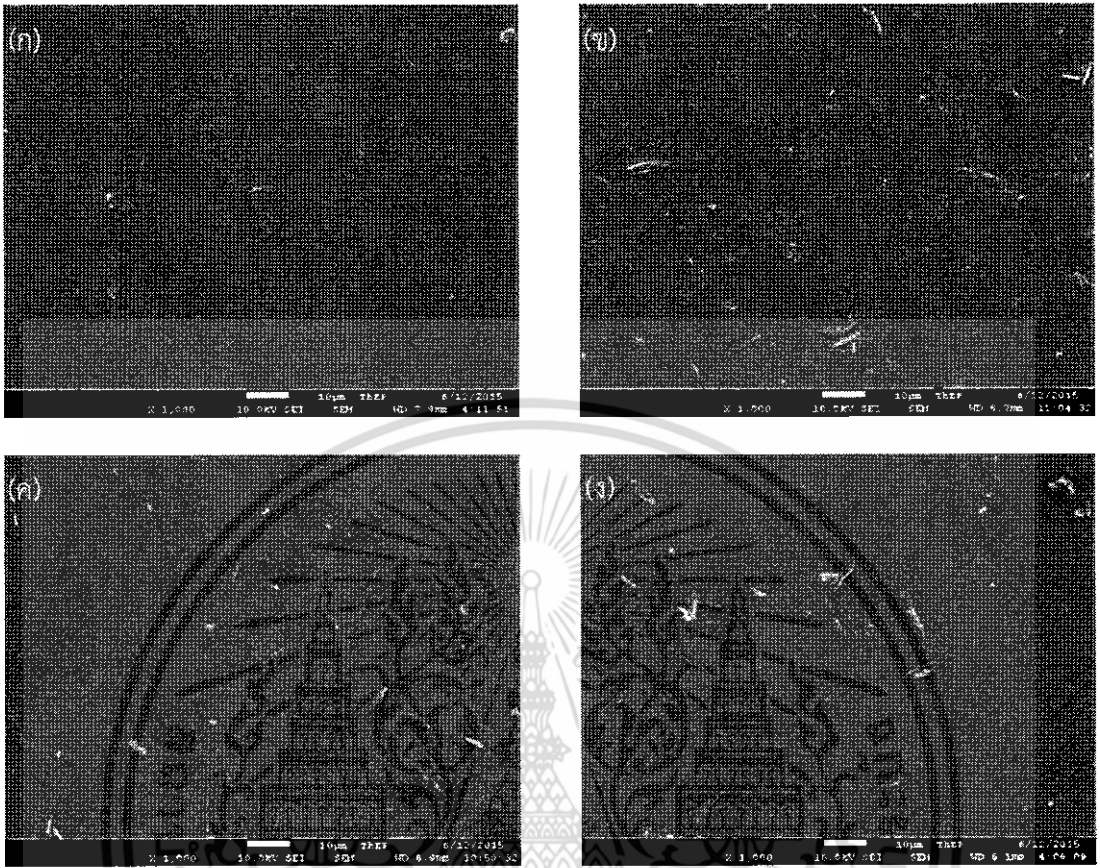
ตารางที่ 4.2 ค่าตัวแปรทางโครงสร้างของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกัน

อุณหภูมิฐานรองรับ (องศาเซลเซียส)	มุมเลี้ยวเบน ( $2\theta$ )	d-space (nm)
30	10.66	8.29
60	10.56	8.37
80	10.64	8.31
100	10.9	8.11

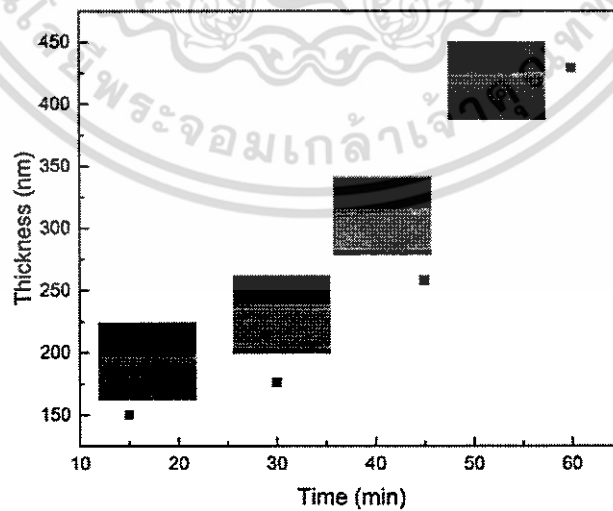
#### 4.1.2 ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์

ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์จะถูกตรวจวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดดังแสดงในรูปที่ 4.3 และ 4.5 ซึ่งจะพบว่าลักษณะของพื้นผิวของฟิล์มจะมีลักษณะที่ค่อนข้างเรียบ โดยจะพบว่าขนาดของเม็ดผลึกที่พบบริเวณพื้นผิวของฟิล์มจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการปลูกฟิล์มที่นานมากขึ้น สำหรับในกรณีของฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกันนั้น จะพบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มจะมีค่าที่เปลี่ยนแปลงไปในฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิสูง อันเป็นผลจากการระเหยของตัวทำละลาย

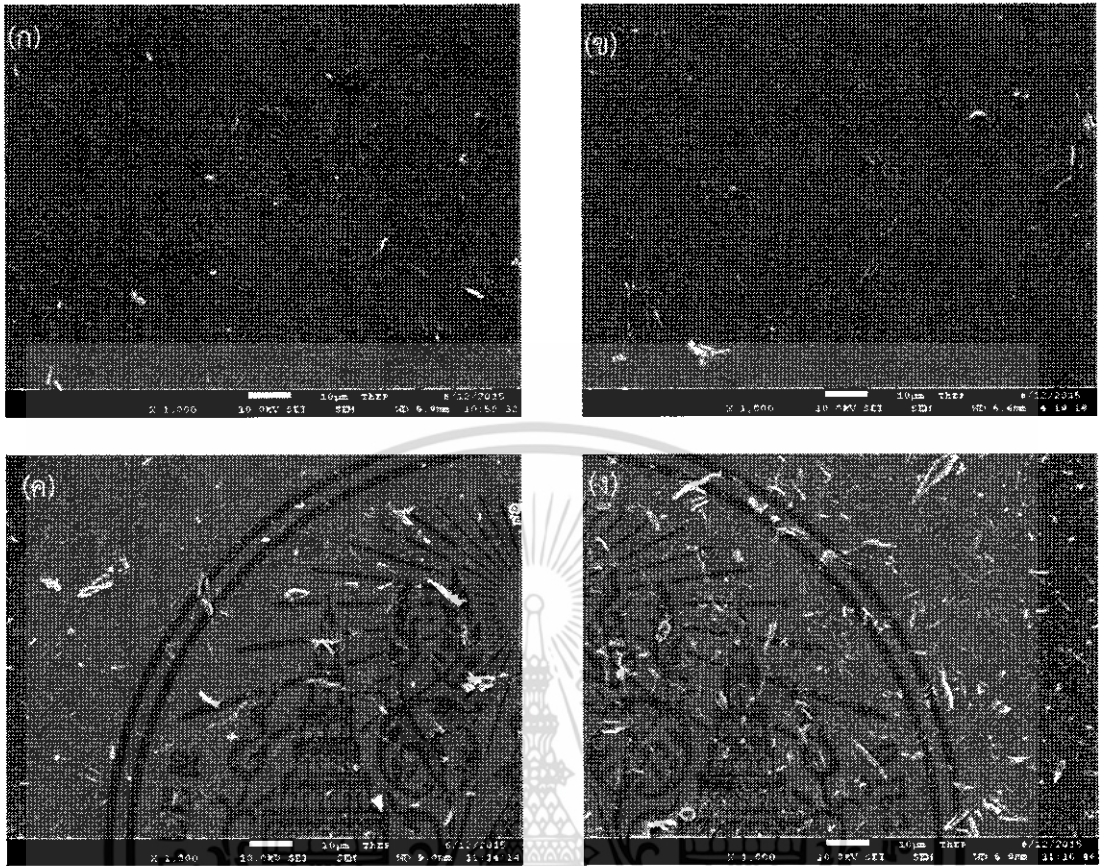
เมื่อทำการตรวจวัดความหนาของฟิล์มด้วยการถ่ายภาพจากฟิล์มที่ทำการตัดขวางจะพบว่าจะมีค่าความหนาของฟิล์มที่สัมพันธ์กับเวลาที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มแสดงดังรูปที่ 4.4 ซึ่งค่าความหนาของฟิล์มจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการเตรียมฟิล์มมากขึ้น สำหรับผลของอุณหภูมิของฐานรองรับขณะทำการเตรียมฟิล์มต่อค่าความหนาของฟิล์มจะแสดงในรูปที่ 4.6 โดยพบว่าค่าความหนาของฟิล์มที่เปลี่ยนแปลงเมื่อให้อุณหภูมิฐานรองรับเพิ่มขึ้นอันเป็นผลของการระเหยของตัวทำละลายที่ทำให้ ฟิล์มที่ทำการเตรียมมีค่าความหนาที่แตกต่างกันไปตามค่าอุณหภูมิ



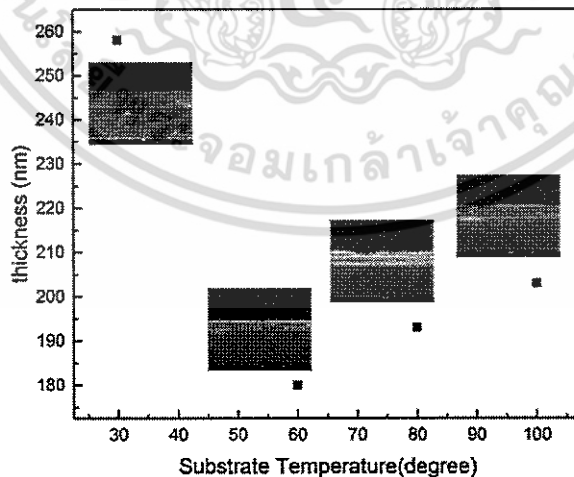
รูปที่ 4.3 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาที่แตกต่างกัน (ก) 15 นาที (ข) 30 นาที (ค) 45 นาที และ (ง) 60 นาที



รูปที่ 4.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการเตรียมฟิล์มและค่าความหนาของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์

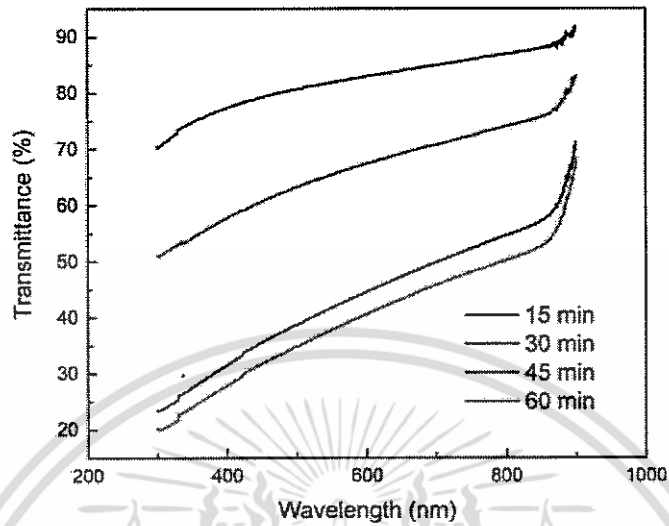


รูปที่ 4.5 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกัน (ก) อุณหภูมิห้อง (ข) 60 (ค) 80 และ (ง) 100 องศาเซลเซียส

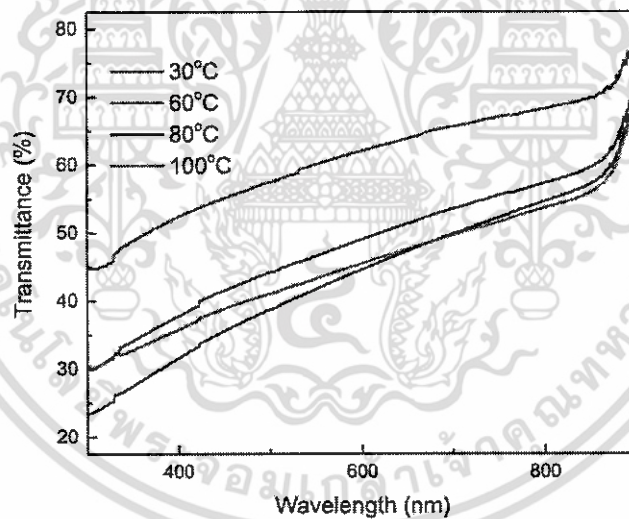


รูปที่ 4.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าอุณหภูมิฐานรองรับในขณะที่เตรียมฟิล์มและค่าความหนาของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์

#### 4.1.3 ค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์



รูปที่ 4.7 ค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่เวลาที่แตกต่างกัน

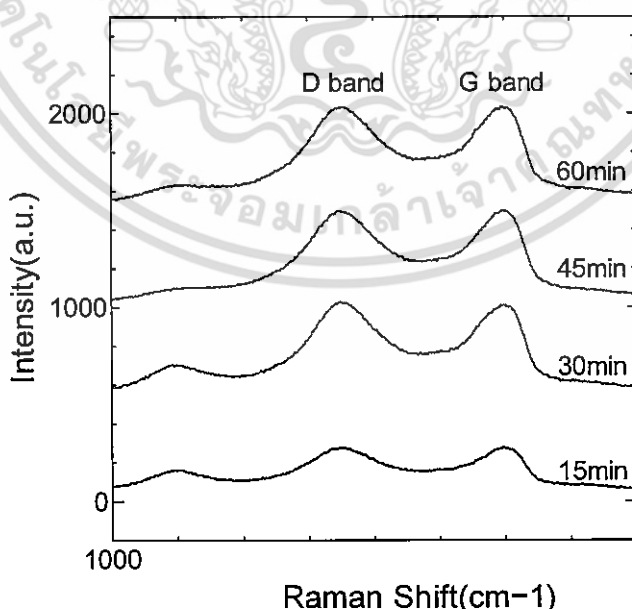


รูปที่ 4.8 ค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับแตกต่างกัน

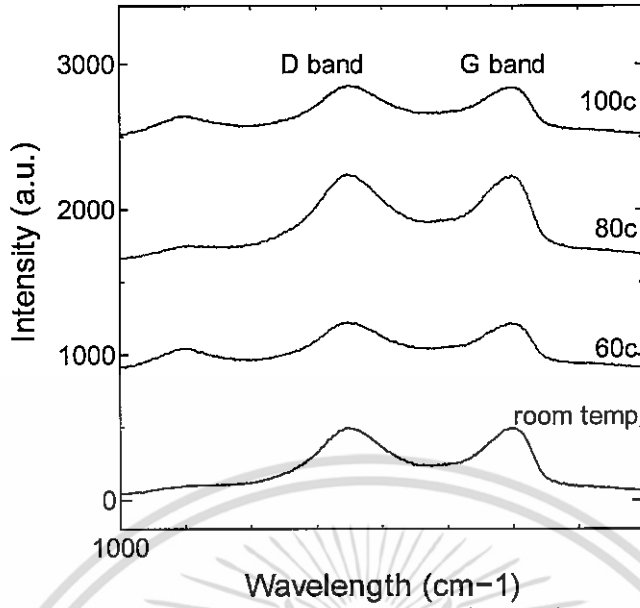
สำหรับการตรวจสอบลักษณะการทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่เวลาที่แตกต่างกันและที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกันจะแสดงในรูปที่ 4.7 และ 4.8 จะพบว่าฟิล์มที่เตรียมที่เวลาที่แตกต่างกันจะมีค่าการทะลุผ่านของแสงที่ขึ้นกับค่าความหนาของฟิล์ม โดยถ้าฟิล์มมีค่าความหนาที่มากการทะลุผ่านของแสงจะมีค่าต่ำ สำหรับในกรณีของฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกันจะพบว่าค่าการทะลุผ่านของแสงมีค่าที่ขึ้นกับความหนาของฟิล์มเช่นเดียวกัน

#### 4.1.4 การตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคของรามานสเปกโตรสโคปี

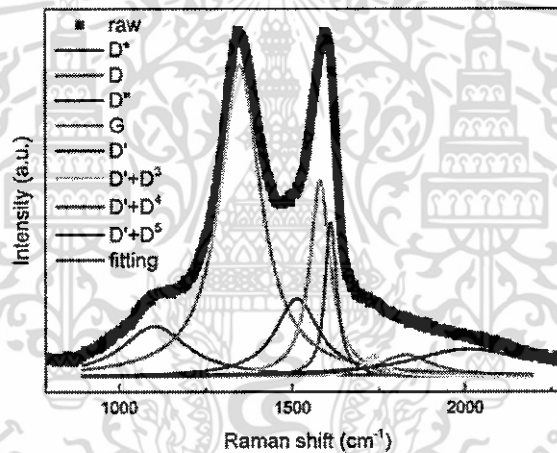
สำหรับการตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างของวัสดุในกลุ่มคาร์บอนนั้น นอกจากเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์แล้ว จะใช้การตรวจสอบด้วยเทคนิคของรามานสเปกโตรสโคปีสำหรับการตรวจสอบฟิล์มบางแกรไฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่เงื่อนไขของการเตรียมที่ระยะเวลาที่แตกต่างกันและที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกัน ขึ้นด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีจะได้ผลดังรูปที่ 4.9 และ 4.10 โดยจะพบว่าจะพบยอดของกราฟรามานสเปกตรัมที่  $1,300\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งจะสอดคล้องช่วง D-band ที่เป็นช่วงที่เกิดข้อบกพร่อง (disorder) ของพันธะคาร์บอน สำหรับยอดกราฟที่บริเวณสเปกตรัม ประมาณ  $1,580\text{ cm}^{-1}$  จะเรียกว่า G-band ที่เกิดจากพันธะ  $sp^2$  ของอะตอมคาร์บอน จากกราฟสเปกตรัมของรามานในช่วง  $1000\text{-}1800\text{ cm}^{-1}$  ของฟิล์มแกรไฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่เวลา 30 นาที เมื่อนำมาทำการแยกออกประกอบ (deconvolution) ออกเป็น 8 ส่วนจะแสดงได้ดังรูปที่ 4.11 โดยส่วนประกอบที่แยกออกมาได้นั้นจะแทนด้วย  $D^*$ ,  $D$ ,  $D''$ ,  $D'$ ,  $D'+D^3$ ,  $D'+D^4$ ,  $D'+D^5$  และ G ที่ตำแหน่ง  $1140$ ,  $1350$ ,  $1480$ ,  $1620$ ,  $1730$ ,  $1830$  และ  $2010\text{ cm}^{-1}$  ตามลำดับ โดยส่วนประกอบ D จะหมายถึงส่วนที่เป็นข้อบกพร่องในโครงสร้างและ G จะหมายถึงส่วนประกอบของพันธะ  $sp^2$  สำหรับอัตราส่วนของความสูงของยอดกราฟของยอด D และ G ( $I_D/I_G$ ) และอัตราส่วนของความสูงของยอดกราฟของยอด 2D และ G โดยจะพบว่าค่า  $I_D/I_G$  ของฟิล์มแกรไฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาเพิ่มขึ้นจะมีค่าลดลงซึ่งเป็นผลจากกระบวนการระหว่างแผ่นแกรไฟีนออกไซด์ที่อยู่ในชั้นฟิล์ม โดยลักษณะดังกล่าวจะสอดคล้องกับค่า FWHM ของมุมเลี้ยวเบนที่ได้จากการวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ โดยจะทำการแสดงข้อมูลที่วิเคราะห์ได้ในตารางที่ 4.3 และ 4.4 ตามลำดับ



รูปที่ 4.9 กราฟรามานสเปกตรัมของฟิล์มแกรไฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาแตกต่างกัน



รูปที่ 4.10 กราฟรามานสเปกตรัมของฟิล์มแกรไฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกัน



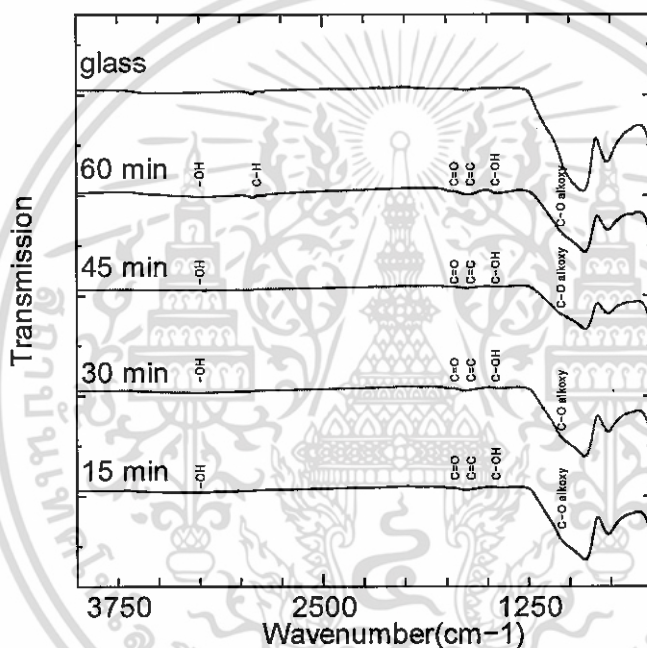
รูปที่ 4.11 กราฟรามานสเปกตรัมที่ถูกแยกองค์ประกอบของฟิล์มแกรไฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่เวลา 45 นาที

ตารางที่ 4.3 อัตราส่วนของความสูงของยอดกราฟรามานของฟิล์มบางแกรไฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่เวลาแตกต่างกัน

เวลาในการเตรียมฟิล์ม (นาที)	$I_D/I_G$	$I_{2D}/I_G$
15	1.621	0.101
30	1.614	0.158
45	1.593	0.154
60	1.572	0.144

ตารางที่ 4.4 อัตราส่วนของความสูงของยอดกราฟรามานของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่ต่างกัน

อุณหภูมิฐานรองรับ (องศาเซลเซียส)	$I_D/I_G$	$I_{2D}/I_G$
30	1.593	0.154
60	1.703	0.109
80	1.636	0.145
100	1.706	0.070

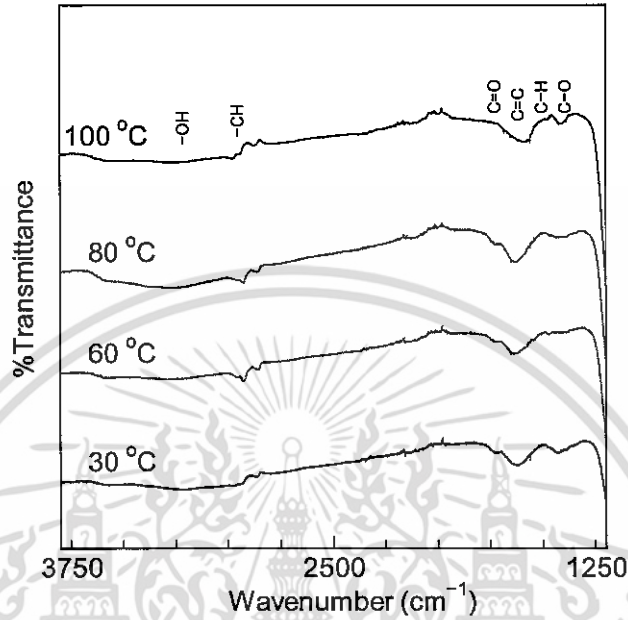


รูปที่ 4.12 กราฟสเปกตรัม FTIR ของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาแตกต่างกัน

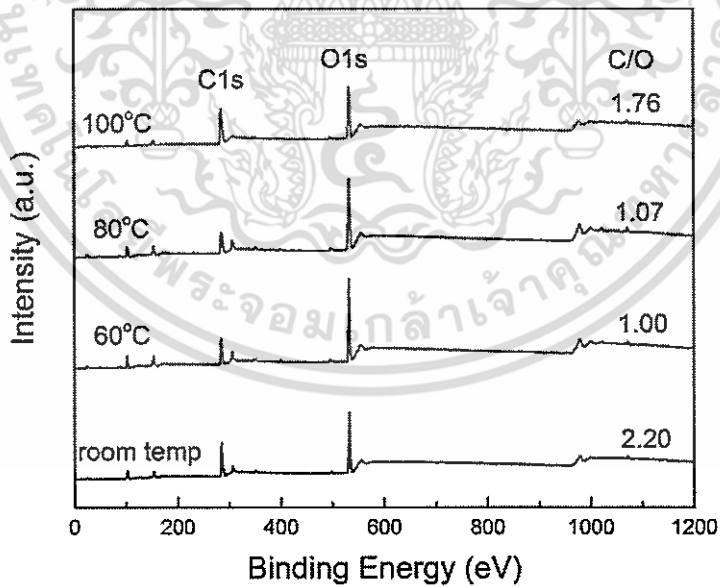
#### 4.1.5 การตรวจสอบพันธะทางเคมีด้วยอินฟราเรดสเปกตรัม

สำหรับการตรวจสอบพันธะทางเคมีด้วยอินฟราเรดสเปกตรัมจะตรวจสอบจากผลการวัดจากเทคนิค Fourier Transform Infra-Red (FTIR) จะใช้สำหรับยืนยันลักษณะการเกิดของพันธะย่อยของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ ในรูปพันธะที่เป็น C-C, C=C, hydroxyl (C-OH), expoxide (C-O-C), carbonyl (>C=O), lactone (-C=O) และ carboxylic acid (HO-C=O) ดังแสดงในรูปที่ 4.12 และ 4.13 ซึ่งจะพบค่าของการเกิดพันธะย่อยในชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาที่แตกต่างกันจะให้ค่าสเปกตรัมของ FTIR ที่คล้ายคลึงกันโดยฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่ปลูกที่เวลาที่ยาวนานขึ้นจะให้ค่าความสูงของยอดกราฟที่สูงขึ้น ในขณะที่ฟิล์มที่อุณหภูมิฐานรองรับที่สูงขึ้นจะพบการเปลี่ยนแปลงของยอดกราฟที่แสดงถึง

หมู่ฟังก์ชัน OH ที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงหมู่ฟังก์ชันดังกล่าวในเนื้อฟิล์มอันเป็นผลจากความร้อนในขณะที่ทำการเตรียมฟิล์ม



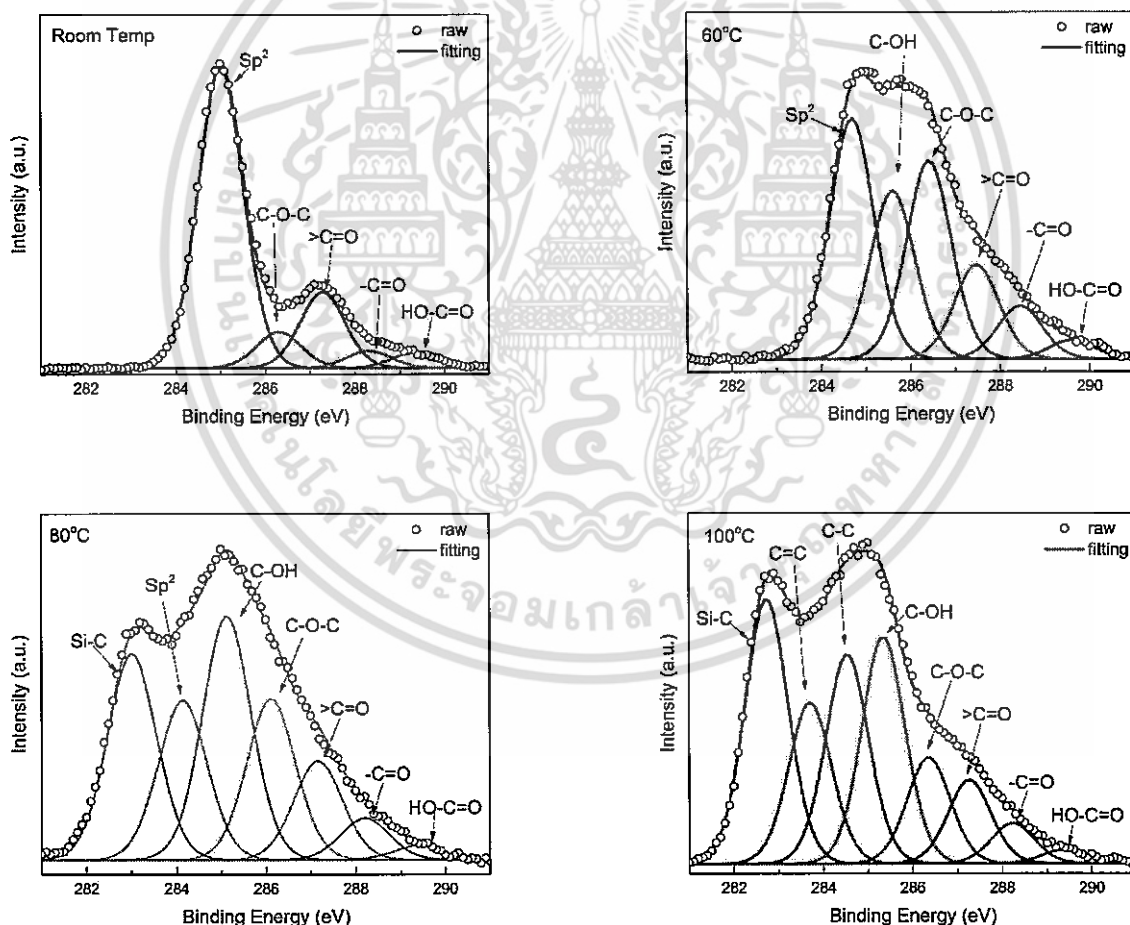
รูปที่ 4.13 กราฟสเปกตรัม FTIR ของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่ต่างกัน



รูปที่ 4.14 กราฟการวัดลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่ต่างกัน

#### 4.1.6 การตรวจสอบพันธะทางเคมีด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy

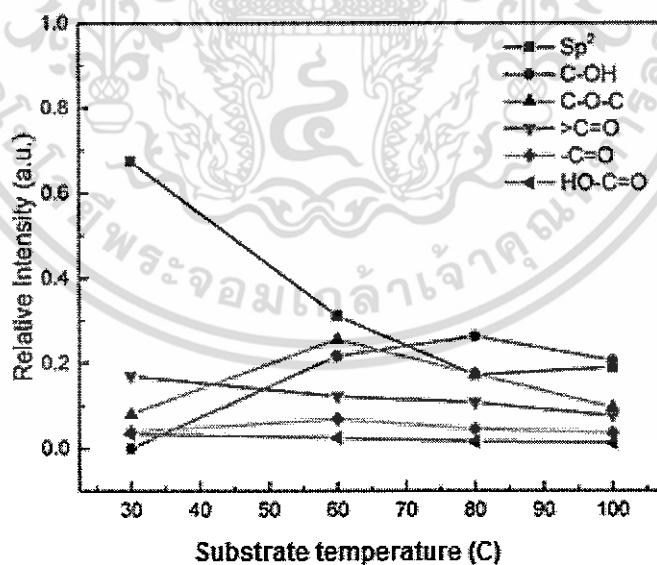
สำหรับการตรวจสอบสมบัติของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) จะเป็นการ ยืนยันการเกิดการลดรูปจากแกรฟีนออกไซด์ไปเป็นแกรฟีนอันเนื่องจากผลของความร้อนที่ให้ ในขณะที่ทำการเตรียมฟิล์ม ซึ่งการตรวจวัดด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีไม่สามารถยืนยันได้ โดยจากกราฟที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XPS ของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างกันจะแสดงได้ในรูปที่ 4.14 โดยจะพบว่าผลของอุณหภูมิขณะทำการเตรียมจะทำให้สัดส่วนระหว่างอะตอมคาร์บอนและออกซิเจนที่ ประกอบกันในเนื้อฟิล์มมีค่าที่แตกต่างกันออกไป ซึ่งจะบ่งบอกได้ว่าจะเกิดการเปลี่ยนแปลงจากฟิล์มที่เป็นวัสดุแกรฟีนออกไซด์ไปเป็นฟิล์มที่เป็นวัสดุแกรฟีนออกไซด์แบบลดรูป (reduced graphene oxide) ซึ่งจะมีสมบัติที่ใกล้เคียงกับวัสดุแกรฟีนปกติ



รูปที่ 4.15 สเปกตรัมที่วัดได้จากเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ ของฐานรองรับที่แตกต่างกัน

สำหรับการวิเคราะห์การเกิดพันธะทางเคมีเพื่อศึกษาสมบัติของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่ต่างกัน พบว่าจะสามารถแยกเป็นองค์ประกอบย่อยของการเกิดพันธะของ C1s ได้เป็น C-C, C=C, hydroxyl (C-OH), epoxide (C-O-C), carbonyl ( $>C=O$ ), lactone ( $-C=O$ ) และ carboxylic acid ( $HO-C=O$ ) ที่ตำแหน่งของค่าพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 284.0, 285.7, 286.5, 287.4, 288.2 และ 289.2 eV ดังแสดงในรูปที่ 4.15 โดยจะพบว่าเมื่อการเตรียมฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่อุณหภูมิฐานรองรับใน ขณะเตรียมสูงขึ้น โดยในส่วนของพันธะ C-C และ C=C จะมีค่าลดลงเนื่องจากจะถูกเปลี่ยนเป็น CO และ CO<sub>2</sub> ที่อุณหภูมิสูงขึ้น สำหรับสารในกลุ่ม carbonyl และ carboxyl ที่เกาะอยู่บริเวณขอบของแผ่นแกรฟีนจะมีโอกาสหลุดออกได้ง่ายที่อุณหภูมิในขณะทำการเตรียมมีค่าที่สูงขึ้น ทำให้ในเงื่อนไขของการให้อุณหภูมิฐานรองรับนี้จะสามารถนำไปใช้ในการเตรียมฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ลดรูปได้

สำหรับข้อมูลขององค์ประกอบของพันธะที่ได้จากการแยกองค์ประกอบหลักจากข้อมูลของ XPS ของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิที่ต่างกันจะแสดงในรูปที่ 4.16 โดยจะพบว่าหมู่ฟังก์ชัน carboxylic acid จะมีค่าที่ค่อนข้างคงที่ เนื่องด้วยค่าอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง ยังมีค่าไม่สูงมากพอที่จะทำให้หมู่ฟังก์ชันนี้เกิดการสลายตัวหรือเปลี่ยนรูปโครงสร้างไป สำหรับหมู่ฟังก์ชัน carbonyl จะมีค่าลดลงเมื่อใช้อุณหภูมิในการปลูกฟิล์มที่สูงขึ้นเพราะจะเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างของ หมู่ฟังก์ชันที่จะเปลี่ยนเป็นหมู่ฟังก์ชัน lactone ที่จะพบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงมากขึ้น



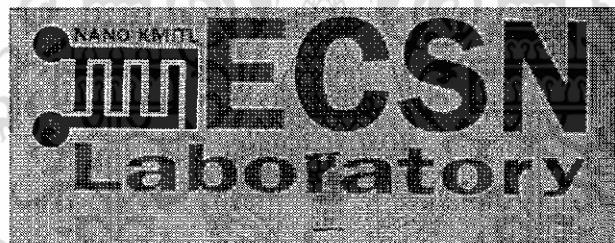
รูปที่ 4.16 ข้อมูลขององค์ประกอบของพันธะที่ได้จากการแยกองค์ประกอบหลักจากข้อมูลของ XPS ของฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิที่ต่างกัน

#### 4.2 ลักษณะเฉพาะของอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นจากฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์

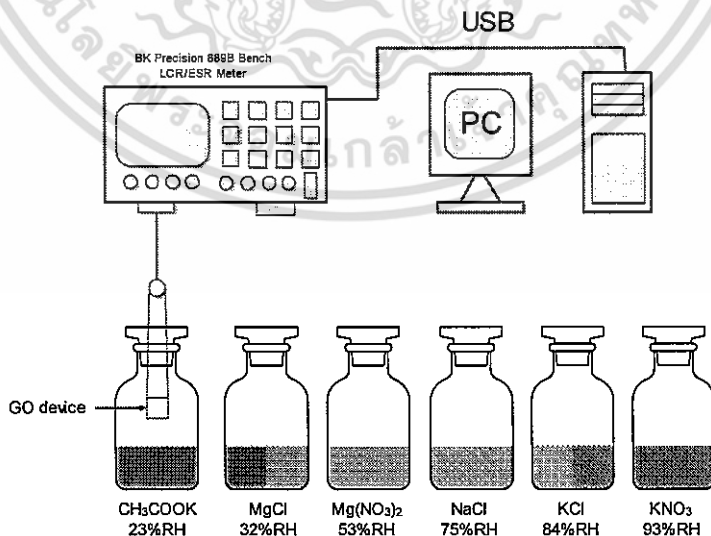
จากฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิตที่เงื่อนไขข้างต้น จากนั้นจะได้ทำการสร้างอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นจากชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ ดังโครงสร้างที่แสดงในรูปที่ โดยจะใช้ขั้วไฟฟ้าเป็นฟิล์มโปร่งใสนำไฟฟ้าอินเดียมเจือดีบุกออกไซด์บนฐานรองรับที่เป็นกระจก ซึ่งอุปกรณ์ที่ประดิษฐ์ขึ้นจะมีลักษณะดังรูปที่ ซึ่งจะพบว่าจะมีลักษณะของอุปกรณ์ที่โปร่งใสมีการทะลุผ่านของแสงในช่วงที่ดวงตามนุษย์มองเห็นได้สูง



รูปที่ 4.17 โครงสร้างของอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นที่สร้างจากชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์

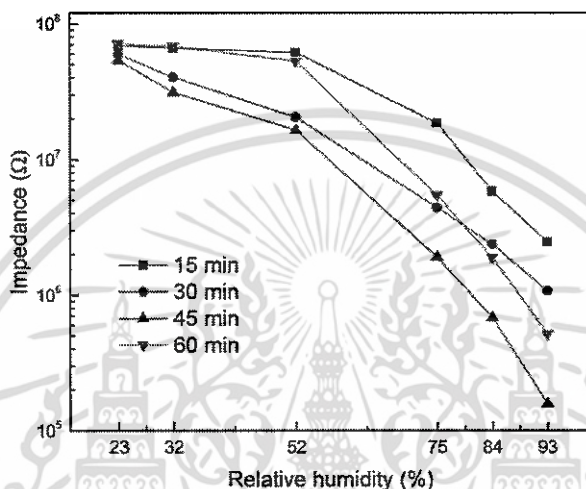


รูปที่ 4.18 อุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นที่สร้างจากชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่สร้างขึ้น

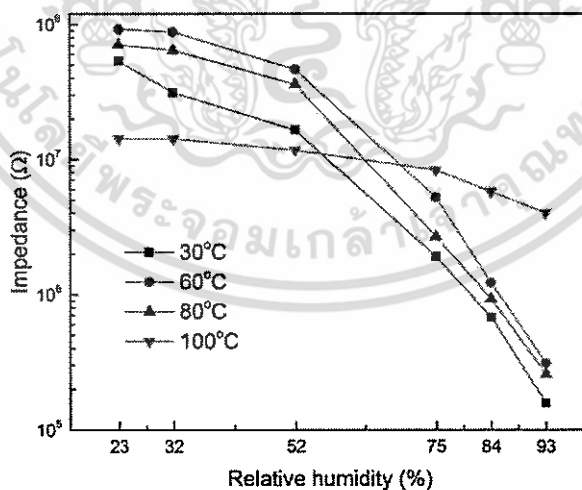


รูปที่ 4.19 ระบบวัดการตอบสนองต่อความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างขึ้น

เมื่อทำการสร้างอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นเรียบร้อยแล้ว จะนำอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นที่ตรวจวัดการตอบสนองต่อค่าความชื้นที่ทำให้ค่าอิมพีแดนซ์ของอุปกรณ์ที่เปลี่ยนแปลงไปตามค่าความชื้นแต่ละค่า โดยระบบตรวจวัดความชื้นจะแสดงดังรูปที่ 4.9 โดยในโครงการวิจัยนี้จะใช้ค่าความชื้นอ้างอิงจากค่าความชื้นที่เกิดจากสารละลายเกลืออิ่มตัวชนิดต่างๆ ซึ่งเป็นไปตามมาตรฐานของ NIST ในการสอบเทียบค่าความชื้นกับอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น



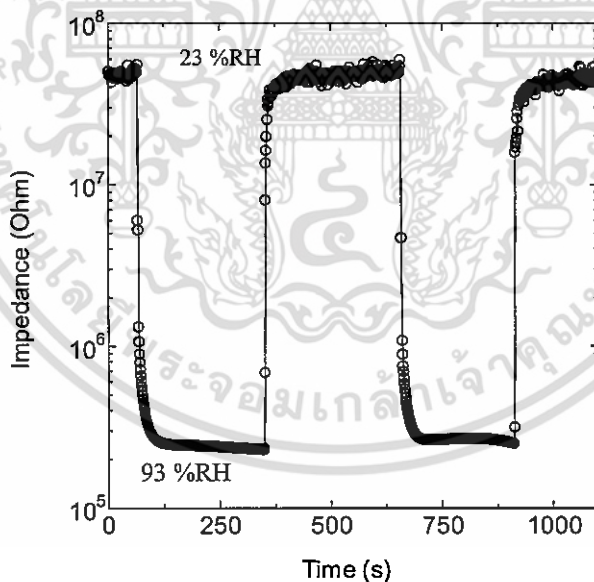
รูปที่ 4.20 การตอบสนองความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างจากฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่ระยะเวลาที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.21 การตอบสนองความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างจากฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่ แตกต่างกัน

#### 4.2.1 การตอบสนองต่อความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างจากฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์

เมื่อนำอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นไปตรวจวัดการตอบสนองต่อค่าความชื้นค่าต่างๆ จะแสดงได้ดังรูปที่ 4.20 และ 4.21 สำหรับเงื่อนไขของการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์ที่เงื่อนไขของระยะเวลาในการเตรียมและเงื่อนไขของอุณหภูมิฐานรองรับขณะทำการเตรียมที่แตกต่างกัน โดยจากผลการวัดจะพบว่าค่าการตอบสนองต่อค่าความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นจะมีค่าสูงสุดที่เงื่อนไขของระยะเวลาในการเตรียมฟิล์มที่เวลาในการเตรียมฟิล์ม 45 นาที สำหรับเงื่อนไขการตอบสนองที่ดีที่สุดสำหรับฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิฐานรองรับที่แตกต่างโดยใช้เวลาในการปลูกฟิล์มที่ 45 นาที พบว่าฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิห้องจะมีค่าการตอบสนองสูงสุด จากที่มีการรายงาน [2, 3] พบว่าวัสดุแกรฟีนออกไซด์จะมีการตอบสนองต่อความชื้นได้ดีกว่าวัสดุแกรฟีน เนื่องจากในวัสดุแกรฟีนออกไซด์จะมีหมู่ฟังก์ชันที่สร้างพันธะกับชั้นแกรฟีนซึ่งโมเลกุลของน้ำจะสามารถเข้าไปสร้างพันธะได้ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงในรูปของสัญญาณไฟฟ้าเมื่อนำไปทำเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้น แต่ข้อด้อยของ วัสดุแกรฟีนออกไซด์คือการที่มีหมู่ฟังก์ชันที่สร้างพันธะกับชั้นแกรฟีนนั้น ทำให้ค่าการนำไฟฟ้า ของตัววัสดุมีค่าน้อยหรือมีค่าความต้านทานที่สูงนั่นเอง ซึ่งจะแตกต่างกับ วัสดุแกรฟีน ปกติที่มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงหรือมีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ต่ำ



รูปที่ 4.22 กราฟการเวลาการตอบของอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นที่สร้างจากฟิล์มแกรฟีนออกไซด์

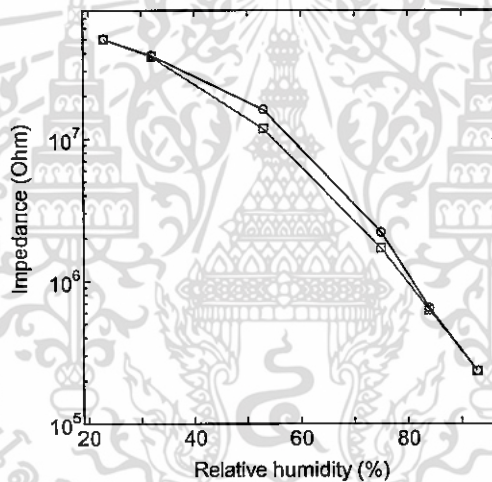
#### 4.2.2 เวลาการตอบสนองต่อความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างจากฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์

สำหรับการวัดความไวในการตอบสนองต่อความชื้นจะทำได้โดยการวัดค่าอิมพีแดนซ์ของอุปกรณ์ที่ค่าความชื้น 23 %RH แล้วทำการวัดค่าอิมพีแดนซ์ของอุปกรณ์ที่ค่าความชื้น 93 %RH เพื่อตรวจสอบ

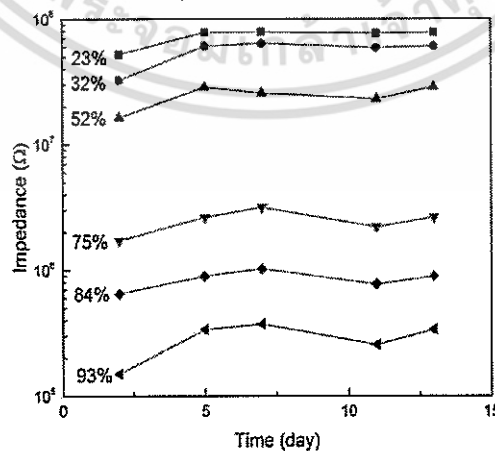
ความไวของอุปกรณ์ที่สร้างขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.22 ซึ่งจะพบว่าค่าเวลาที่ใช้ในการตอบสนองของอุปกรณ์ จะมีค่าอยู่ที่ประมาณ 10 และ 40 วินาทีสำหรับการดูดและการคายความชื้น ตามลำดับ ซึ่งค่าการตอบสนองดังกล่าวแสดงว่าอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นมีความเร็วในการตอบสนองที่ค่อนข้างดี เมื่อเปรียบเทียบกับ งานวิจัยอื่นๆ [2, 3]

#### 4.2.3 ฮีสเทอรีซิส

สำหรับการวัดฮีสเทอรีซิส (Hyteresis loop) จะเป็นการวัดเพื่อแสดงลักษณะการทำซ้ำของ อุปกรณ์ โดยจะทำการวัดที่ค่าความชื้นในขาไป คือวัดจากค่าความชื้นต่ำไปยังค่าความชื้นสูงแล้วทำการวัด จากค่าความชื้นสูงไปยังค่าความชื้นต่ำ โดยผลการวัดที่ได้แสดงในรูปที่ 4.23 โดยปกติแล้วเส้นกราฟทั้งสองเส้นควรจะต้องทับกัน ซึ่งผลที่ได้จะพบว่า จุดที่เส้นกราฟทั้งสองอยู่ห่างกันมากที่สุดคือที่ค่า 52 %RH ซึ่งเป็นจุดที่มีค่าผิดพลาดของฮีสเทอรีซิสมากที่สุด



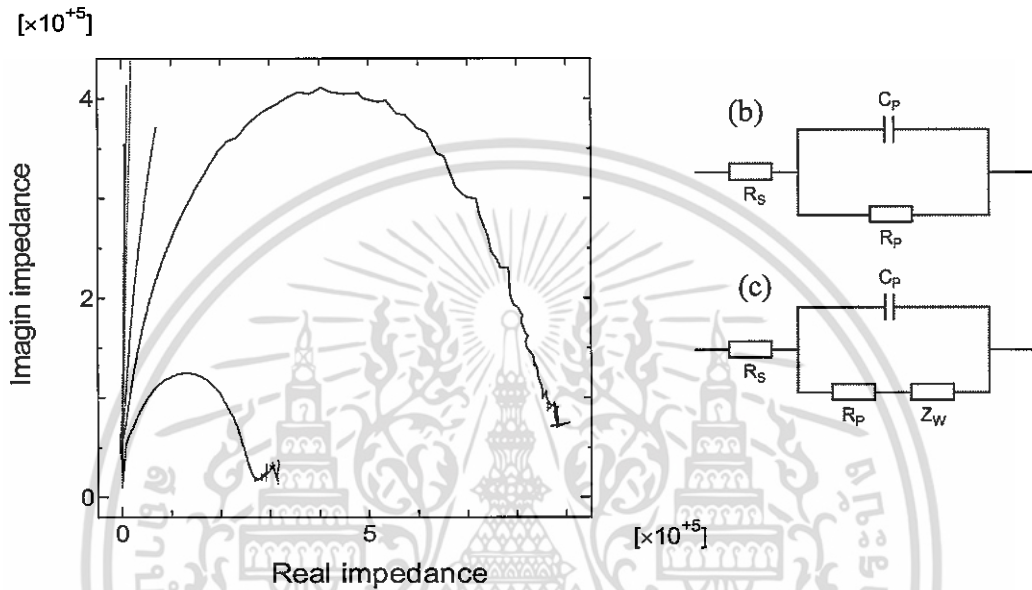
รูปที่ 4.23 กราฟฮีสเทอรีซิสของอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นจากฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์



รูปที่ 4.24 กราฟเสถียรภาพของอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นจากฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์

#### 4.2.4 เสถียรภาพของอุปกรณ์

สำหรับการศึกษาค่าเสถียรภาพของอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นจะได้รับการวัดลักษณะของค่าอิมพีแดนซ์ของอุปกรณ์ที่ค่าความชื้นต่างๆ ในระยะเวลา 30 วันดังแสดงในรูปที่ 4.24 ซึ่งจะพบว่าอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นมีความเสถียรภาพในช่วงเวลาที่ยาวนานได้เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ [9]



รูปที่ 4.25 กราฟ Cole- Cole และวงจรสมมูลของอุปกรณ์

#### 4.2.5 วงจรสมมูลของอุปกรณ์ที่สร้างขึ้น

กราฟ Cole-Cole ของอุปกรณ์จะเป็นกราฟที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคการวัดอิมพีแดนซ์ส่วนจริง (real part impedance) และอิมพีแดนซ์เชิงซ้อน (imaginary part impedance) ดังแสดงในรูปที่ 4.25 (a) โดยในการวัดจะทำการเปลี่ยนค่าความถี่ ของสัญญาณที่ทำการวัด ซึ่งเส้นกราฟแต่ละเส้นจะเป็นการวัดที่ค่าความชื้นสัมพัทธ์คงที่ตั้งแต่ค่า 23 ถึง 93 %RH โดยจากกราฟ Cole-Cole ที่ได้จะสามารถทำการจำลองแบบเพื่อหาวงจรมูลของอุปกรณ์ได้ตามรูปที่ 4.25 (b) และ (c) โดยรูปที่ 4.25 (b) จะเป็นวงจรมูลของอุปกรณ์ในขณะที่ทำงานในช่วงความชื้นสัมพัทธ์ต่ำ (23 -53 %RH) และรูปที่ 4.25 (c) จะเป็นวงจรมูลของอุปกรณ์ในขณะที่ทำงานในช่วงความชื้นสัมพัทธ์สูง (75 -93 %RH) โดยการที่มีวงจรมูลสองช่วงก็เป็นผลจากกลไกการตอบสนอง ต่อความชื้นของอุปกรณ์ที่สร้างจากชั้นฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ โดยกลไกหรือรูปแบบการตอบสนองต่อโมเลกุลของน้ำของวัสดุแกรฟีนออกไซด์จะประกอบด้วยกลไกสองแบบคือ กลไกการดูดความชื้นเชิงเคมี (chemisorption process) และเชิงฟิสิกส์ (physisorption process) ซึ่งกลไกการดูดความชื้นเชิงเคมีจะพบในช่วงความชื้นที่มีค่าน้อยโดยการเคลื่อนที่ของประจุจะ

ใช้ การกระโดดข้ามจากจุดหนึ่งไปยังอีกจุดหนึ่งในฟิล์ม ในขณะที่กลไกการดูดความชื้นเชิงฟิสิกส์จะพบในช่วงความชื้นที่มีค่ามากจะใช้การส่งผ่านประจุ เนื่องจากไอออนของ  $H_3O^+$  ที่ทำการปลดปล่อยโปรตอน ไปยังโมเลกุลของน้ำข้างเคียงหรือเรียกกลไกแบบนี้ว่าปฏิกิริยา Grotthuss chain [17] ซึ่งจะส่งผลให้ประจุสามารถเคลื่อนที่ได้มากทำให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของค่าอิมพีแดนซ์มีค่าที่มาก ซึ่งจะสอดคล้องกับ ค่าการตอบสนองต่อค่าความชื้นของอุปกรณ์ตรวจวัดที่ได้รายงานไปแล้วข้างต้น



## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและแนวทางการพัฒนา

จากการทดลองพบว่าสามารถทำการเตรียมฟิล์มบางแกรฟีนออกไซด์จากวิธีการเตรียมฟิล์มด้วยการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิต ในเงื่อนไขของเวลาที่ใช้ในการปลูกฟิล์มที่แตกต่างกันและอุณหภูมิของฐานรองรับที่แตกต่างกัน โดยฟิล์มที่เตรียมได้จะมีลักษณะและสมบัติเฉพาะด้วยเครื่องวิเคราะห์เช่น การวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นต้น จะพบว่าสมบัติของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์จะขึ้นอยู่กับเงื่อนไขที่เตรียม นอกจากนี้จะพบว่าโดยวิธีการเตรียมฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่อุณหภูมิฐานรองรับที่มีค่าสูงจะพบว่าฟิล์มที่ได้จะแสดงสมบัติของฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ลดรูป ซึ่งเกิดจากการสูญเสียหมู่ฟังก์ชันทางเคมีที่สร้างพันธะกับชั้นแกรฟีนออกไป เนื่องจากผลของความร้อนในขณะเตรียมฟิล์มโดยฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ลดรูปนี้ จะมีสมบัติที่คล้ายคลึงกับวัสดุแกรฟีนปกติ

เมื่อทำการสร้างอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นจากฟิล์มแกรฟีนออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วย วิธีการพ่นเคลือบด้วยไฟฟ้าสถิต พบว่าอุปกรณ์ที่เตรียมได้ที่เวลา 45 นาทีโดยเตรียมที่อุณหภูมิห้องมีค่าการตอบสนองต่อค่าความชื้นดีที่สุด และในการตรวจสอบกลไกการทำงานของอุปกรณ์พบว่าประกอบ ด้วยกลไกสองส่วนคือกลไกการดูดความชื้นในช่วงค่าความชื้นต่ำที่เป็นการดูดกลืนความชื้นทางเคมีและกลไกการดูดความชื้นในช่วงค่าความชื้นสูงที่เป็นการดูดกลืนความชื้นทางฟิสิกส์

สำหรับแนวทางในการพัฒนาต่อ นั้น อาจจะมีการพัฒนาเพื่อสร้างเป็นอุปกรณ์ตัวตรวจวัดความชื้นบนฐานรองรับที่เป็นพลาสติกที่มีน้ำหนักเบาและราคาถูก พร้อมกับพัฒนา ระบบวัดในการอ่านข้อมูลเพื่อนำไปประมวลผลต่อไป

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Y. Zhu, et al., "Graphene and Graphene Oxide: Synthesis, Properties, and Application", *Advanced Materials*, 22 (2010) 3906-3924.
- [2] F. Schedin, et al., "Detection of individual gas molecules adsorbed on graphene", *Nature Material*, 6 (2007) 652-655.
- [3] A. Ghosh, et al., "NO<sub>2</sub> and humidity sensing characteristics of few-layer graphenes", *Journal of Experiment Nanoscience*, 4 (2009) 313-322.
- [4] H. Y. Jeong, et al., "Graphene Oxide Thin Films for Flexible Nonvolatile Memory Applications", *Nano Letters*, 10 (2010) 4381-4386.
- [5] S. Borini, et al., "Ultrafast Graphene Oxide Humidity Sensors", *ACS Nano*, 7 (2013) 11166-11173.
- [6] D. A. Dikin, et al., "Preparation and characterization of graphene oxide paper", *Nature*, 448 (2007) 457-460.
- [7] D. C. Marcano, et al., "Improved Synthesis of Graphene Oxide", *ACS Nano*, 4 (2010) 4806-4814.
- [8] D. R. Dreyer, et al., "The chemistry of graphene oxide", *Chemical Society Reviews*, 39 (2010) 228-240.
- [9] Y. Yao et al., "Graphene oxide thin film coated quartz crystal microbalance for humidity detection", *Applied Surface Science*, 257 (2011) 7778-7782.
- [10] ยูวัฒน์ บุญหนัก, "การปลูกฟิล์มบางอนุภาคนาโนเงินโดยระบบการพ่นด้วยไฟฟ้าสถิตสำหรับการประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ความชื้น", *วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง*, 2554.
- [11] Oliver Wilhelm. "Electrohydrodynamic spraying – Transport, mass and heat transfer of charged droplets and their application to the deposition of thin functional films" Doctor Dissertation of sciences Swiss Federal Institute of Technology Zurich. 2004.
- [12] A. Jaworek, "Electrospray droplet sources for thin film deposition", *Journal of Materials Science*, 42 (2007) 266-297.

- [13] Zhiyong et al., "Zinc Oxide Nanostructures: Synthesis and Properties", *Journal Nanoscience Nanotechnoly* 5 (2005) 1561-1573.
- [14] แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. 2535. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ = Principles and techniques of instrumental analysis. กรุงเทพฯ. :ชวนพิมพ์.
- [15] นิพนธ์ ตั้งคณานุรักษ์ และ คณิดา ตั้งคณานุรักษ์. 2547 สเปกโทรสโกปีด้านการวิเคราะห์ (Analytical Spectroscopy). กรุงเทพฯ : มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
- [16] Jacob Fraden, "Handbook of modern sensor", (2004), New York, AIP Press.
- [17] T. Thiawong, K. Onlaor, B. Tunhoo, "A humidity sensor based on silver nanoparticles thin film prepared by electrostatic spray deposition process", *Advances in Materials Science and Engineering*, (2013) 640428.



## ข้อมูลประวัติคณะผู้วิจัย

### 1. ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-สกุล นายเบญจพล ต้นฐ์

ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
วท.บ.	ฟิสิกส์ประยุกต์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง	2544
วท.ม.	ฟิสิกส์ประยุกต์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง	2548
ปร.ด.	ฟิสิกส์ประยุกต์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง	2552

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ: ฟิล์มบาง สารกึ่งตัวนำ ไมโครคอนโทรลเลอร์

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์ที่ตีพิมพ์เผยแพร่ (ระดับชาติและนานาชาติ)

1. S. Khantham, B. Tunhoo, K. Onlaor, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Electrical properties of dye-doped color tunable organic light emitting diode", *Canadian Journal of Chemical Engineering*, **90** (2012) 903-908. (IF2011: 0.748)
2. K. Onlaor, B. Tunhoo, P. Keeratithiwakorn, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Electrical bistable properties of copper phthalocyanine at different deposition rates", *Solid-State Electronics*, **72** (2012) 60-66. (IF2011: 1.397)
3. K. Onlaor, B. Tunhoo, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Electrical bistability of tris-(8-hydroxyquinoline) aluminum (Alq<sub>3</sub>)/ZnSe organicinorganic bistable device", *Current Applied Physics*, **12** (2012) 331-336. (IF2011: 1.900)
4. S. Vanitparinyakul, P.Pattamang, A. Chanhom, T. Thiwawong, B. Tunhoo, S.Porntheeraphat and J. Nukeaw, "Study of PDMS Compounds Using the Adhesion Force Determined by AFM Force Distance Curve Measurements", *Advanced Materials Research*, **93-94** (2010) 141-144.

5. Y. Boonnuk, A. Chanhom, T. Thiwawong, **B. Tunhoo**, and J. Nukeaw, "Surface Morphology and Optical Properties of Silver Thin Film Prepared by Electrostatic Spray Deposition", *Advanced Materials Research*, **93-94** (2010) 149-152.
6. K. Onlaor, S. Khantham, **B. Tunhoo**, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Charge Transfer Mechanism in Organic Memory Device", *Advanced Materials Research*, **93-94** (2010) 235-238.
7. P. Keeratithivakorn, **B. Tunhoo**, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "CoPc/CdS Hybrids Photovoltaic Device", *Advanced Materials Research*, **93-94** (2010) 570-573.
8. **B. Tunhoo** and J. Nukeaw, "Structural and Optical Properties of Low Temperature Evaporated Iron Phthalocyanine Thin Films", *Materials Research Innovations*, **13** (2009) 145-148. (IF2009: 1.723)
9. J. Nukeaw, K. Upracoat, S. Rahong, **B. Tunhoo**, and W. Yindeesuk, "Observation of optical transition energy in ZnSe/tris(8-hydroxyquinoline) aluminum(Alq3)/ZnSe single quantum wells by photoreflectance spectroscopy", *Physica E: low-dimensional systems & nanostructures*, **21** (2004) 1070-1073. (IF2004: 0.898)

## 2. ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-สกุล นาย กรกช อ่อนละอ

ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีจบ
วท.บ.	ฟิสิกส์ประยุกต์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง	2550
ปร.ด.	นาโนวิทยาและนาโน เทคโนโลยี	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง	2555

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ: Thin film technology, Optical Characterization ,  
Nanomaterials

### ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์ที่ตีพิมพ์เผยแพร่ (ระดับชาติและนานาชาติ)

1. K. Onlaor, B. Tunhoo, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Electrical properties and switching mechanisms of flexible organic-inorganic bistable devices", Applied Physics A, 112 (2013) 495-500. (IF2012: 1.545)
2. P. Keeratithiwakorn, K. Onlaor, T. Thiwawong and B. Tunhoo, "Impedance spectroscopy studies of DCM doped Alq<sub>3</sub> organic material", Advanced Materials Research, 802 (2013) 59-63. (SCOPUS)
3. T. Thiwawong, K. Onlaor, B. Tunhoo, "A humidity sensor based on silver nanoparticles thin film prepared by electrostatic spray deposition process", Advances in Materials Science and Engineering, (2013) 640428. (IF2012: 0.500)
4. S. Khantham, B. Tunhoo, K. Onlaor, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Electrical properties of dye-doped color tunable organic light emitting diode", Canadian Journal of Chemical Engineering, 90 (2012) 903-908. (IF2011: 0.748)
5. K. Onlaor, B. Tunhoo, P. Keeratithiwakorn, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Electrical bistable properties of copper phthalocyanine at different deposition rates", Solid-State Electronics, 72 (2012) 60-66. (IF2011: 1.397)

6. K. Onlaor, B. Tunhoo, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Electrical bistability of tris-(8-hydroxyquinoline) aluminum (Alq<sub>3</sub>)/ZnSe organic-inorganic bistable device", *Current Applied Physics*, 12 (2012) 331-336. (IF2011: 1.900)
7. K. Onlaor, S. Khantham, B. Tunhoo, T. Thiwawong, J. Nukeaw, "Charge Transfer Mechanism in Organic Memory Device", *Advanced Materials Research*, 93-94 (2010) 235-238. (SCOPUS)





เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้